Über dieses Buch

Dies ist ein digitales Exemplar eines Buches, das seit Generationen in den Regalen der Bibliotheken aufbewahrt wurde, bevor es von Google im Rahmen eines Projekts, mit dem die Bücher dieser Welt online verfügbar gemacht werden sollen, sorgfältig gescannt wurde.

Das Buch hat das Urheberrecht überdauert und kann nun öffentlich zugänglich gemacht werden. Ein öffentlich zugängliches Buch ist ein Buch, das niemals Urheberrechten unterlag oder bei dem die Schutzfrist des Urheberrechts abgelaufen ist. Ob ein Buch öffentlich zugänglich ist, kann von Land zu Land unterschiedlich sein. Öffentlich zugängliche Bücher sind unser Tor zur Vergangenheit und stellen ein geschichtliches, kulturelles und wissenschaftliches Vermögen dar, das häufig nur schwierig zu entdecken ist.

Gebrauchsspuren, Anmerkungen und andere Randbemerkungen, die im Originalband enthalten sind, finden sich auch in dieser Datei – eine Erinnerung an die lange Reise, die das Buch vom Verleger zu einer Bibliothek und weiter zu Ihnen hinter sich gebracht hat.

Nutzungsrichtlinien

Google ist stolz, mit Bibliotheken in partnerschaftlicher Zusammenarbeit öffentlich zugängliches Material zu digitalisieren und einer breiten Masse zugänglich zu machen. Öffentlich zugängliche Bücher gehören der Öffentlichkeit, und wir sind nur ihre Hüter. Nichtsdestotrotz ist diese Arbeit kostspielig. Um diese Ressource weiterhin zur Verfügung stellen zu können, haben wir Schritte unternommen, um den Missbrauch durch kommerzielle Parteien zu verhindern. Dazu gehören technische Einschränkungen für automatisierte Abfragen.

Wir bitten Sie um Einhaltung folgender Richtlinien:

+ *Nutzung der Dateien zu nichtkommerziellen Zwecken* Wir haben Google Buchsuche für Endanwender konzipiert und möchten, dass Sie diese Dateien nur für persönliche, nichtkommerzielle Zwecke verwenden.

+ *Keine automatisierten Abfragen* Senden Sie keine automatisierten Abfragen irgendwelcher Art an das Google-System. Wenn Sie Recherchen über maschinelle Übersetzung, optische Zeichenerkennung oder andere Bereiche durchführen, in denen der Zugang zu Text in großen Mengen nützlich ist, wenden Sie sich bitte an uns. Wir fördern die Nutzung des öffentlich zugänglichen Materials für diese Zwecke und können Ihnen unter Umständen helfen.

+ *Beibehaltung von Google-Markenelementen* Das "Wasserzeichen" von Google, das Sie in jeder Datei finden, ist wichtig zur Information über dieses Projekt und hilft den Anwendern weiteres Material über Google Buchsuche zu finden. Bitte entfernen Sie das Wasserzeichen nicht.

+ *Bewegen Sie sich innerhalb der Legalität* Unabhängig von Ihrem Verwendungszweck müssen Sie sich Ihrer Verantwortung bewusst sein, sicherzustellen, dass Ihre Nutzung legal ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass ein Buch, das nach unserem Dafürhalten für Nutzer in den USA öffentlich zugänglich ist, auch für Nutzer in anderen Ländern öffentlich zugänglich ist. Ob ein Buch noch dem Urheberrecht unterliegt, ist von Land zu Land verschieden. Wir können keine Beratung leisten, ob eine bestimmte Nutzung eines bestimmten Buches gesetzlich zulässig ist. Gehen Sie nicht davon aus, dass das Erscheinen eines Buchs in Google Buchsuche bedeutet, dass es in jeder Form und überall auf der Welt verwendet werden kann. Eine Urheberrechtsverletzung kann schwerwiegende Folgen haben.

Über Google Buchsuche

Das Ziel von Google besteht darin, die weltweiten Informationen zu organisieren und allgemein nutzbar und zugänglich zu machen. Google Buchsuche hilft Lesern dabei, die Bücher dieser Welt zu entdecken, und unterstützt Autoren und Verleger dabei, neue Zielgruppen zu erreichen. Den gesamten Buchtext können Sie im Internet unter `http://books.google.com` durchsuchen.

Stanford University Libraries
3 6105 027 610 810

Digitized by Google

STANFORD·VNIVERSITY·LIBRARY

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

94

386190

STANFORD LIBRARY

Digitized by Google

Mitteilungen der deutschen Materialprüfungsanstalten

Sonderheft V:

Arbeiten aus dem **Kaiser Wilhelm-Institut für Metallforschung** zu Berlin-Dahlem

Inhalt

Seite

Bauer, O. Das Gußeisen als Werkstoff und Baustoff 1
Bauer, O. Flußstähle mit geringer Alterungseigenschaft 12
Hansen, M. Über die Sättigungsgrenze des α (Cu-Sn)-Mischkristalls 23
Hansen, M. Zur Kenntnis der Zinnbronzen 25
Hansen, M. Der Aufbau der aluminiumreichen Silber-Aluminiumlegierungen 29
v. Göler und G. Sachs. Zur Entstehung des Gußgefüges 38
Seidl, Erich. Der Einfluß der chemischen und kristallographischen Beschaffenheit des Gußmaterials auf das Verhalten beim Walzen; erläutert an Industrie-Aluminum, -Kupfer und -Zink 43
v. Göler und G. Sachs. Gefüge und Festigkeitseigenschaften von sehr reinem Aluminium 50
v. Göler und G. Sachs. Festigkeitseigenschaften von Metallkristallen 54
Bauer, O., und H. Sieglerschmidt. Die Ausdehnung des Zinks bei steigenden Temperaturen 62
Schmid, E., und G. Wassermann. Über die mechanische Zwillingsbildung von Zinkkristallen 63
Schiebold, E., und G. Richter. Studien über den Zugversuch an kristallinen Stoffen . . 68
Kuntze, W. Abhängigkeit der elastischen Dehnungszahl α des Kupfers von der Vorbehandlung und Versuchsführung 97
Sachs, G., und H. Shoji. Zug-Druckversuche an Messingkristallen (Bauschingereffekt) . 113
Seidl, E. Kerbwirkung in Technik und Wissenschaft 122
Sachs, G. Versuche zum Walz- und Schmiedevorgang 130
Sachs, G. Zur Theorie des Ziehvorganges 137
Sachs, G. Der Nachweis innerer Spannungen in Stangen und Rohren 138
Sachs, G. Innere Spannungen in Metallen 144
v. Göler und G. Sachs. Innere Spannungen im Röntgenbild 151
Hansen, M., und G. Sachs. Die elektrische Leitfähigkeit von Silberlegierungen . . . 152
Deiß, E. Zur Analyse der Stellite, Akrite und ähnlich zusammengesetzter Legierungen 154
Schürmann, E., und W. Böhm. Die Bestimmung von Lithium in Scleronmetall und ähnlichen Aluminiumlegierungen 158
Schürmann, E., und H. Blumenthal. Über die Prüfung der Zinnauflage von Kupferdrähten 162
Blumenthal, H. Über ein Verfahren zur Bestimmung kleinster Antimonmengen im Kupfer 164
Deiß, E., und G. Schikorr. Über das Ferrohydroxyd (Eisen-2-hydroxyd) 167
Burgeni, Alfred, und Karl Weißenberg, Symmetriegruppen mit zwei Translationen . . 171

Mit 372 Abbildungen

Berlin
Verlag von Julius Springer
1929

Digitized by Google

Digitized by Google

Stanford Library

Das Gußeisen als Werkstoff und Baustoff.

Von **O. Bauer**[1].

Meine Herren! Der Werkstoff, den man als „Roheisen" oder „Gußeisen" bezeichnet, wird, abgesehen von geringen Mengen, die neuerdings im elektrischen Ofen gewonnen werden, stets im Hochofen durch Reduktion der Eisenerze unter Verwendung von Kohlenstoff (Koks, Holzkohle oder Anthrazit) erblasen. Das Produkt, das dabei fällt, heißt „Roheisen". Roheisen, das, wie es auch heute noch geschieht, unmittelbar aus dem Hochofen durch Gießen in Formen zu Gebrauchsgegenständen, Maschinenteilen usw. gestaltet wird, kann als „Gußeisen 1. Schmelzung" bezeichnet werden. Überall da, wo es jedoch auf Qualitätsguß ankommt, unterzieht man das Roheisen, sei es im Kupolofen, sei es in anderen Öfen, einem Umschmelzverfahren und nennt es jetzt „Gußeisen 2. Schmelzung".

Wir wollen uns hier ausschließlich mit dem umgeschmolzenen Roheisen, dem „Gußeisen 2. Schmelzung" befassen. Sowohl Roheisen wie Gußeisen sind Kohlenstoff-Eisenlegierungen, deren Kohlenstoffgehalt innerhalb recht weiter Grenzen schwankt. Als unterste Grenze für den Gesamtkohlenstoffgehalt kann man etwa 2% und als oberste etwa 4% Kohlenstoff annehmen. Neben Kohlenstoff enthält das gewöhnliche Gußeisen stets noch eine Reihe weiterer Stoffe, die teils absichtlich zugesetzt werden, wie z. B. Silizium, Mangan, teils als zufällige Verunreinigungen, wie Phosphor, Schwefel, Arsen, Kupfer, Chrom usw. in ihm enthalten sind. Das wesentliche Unterscheidungsmerkmal der verschiedenen technischen Gußeisensorten ist jedoch nicht so sehr die chemische Zusammensetzung bzw. die Menge des Gesamtkohlenstoffgehaltes als die Art und Form, in der der Kohlenstoff im Eisen auftritt.

In richtiger Erkenntnis dieses sehr wichtigen Umstandes gibt der Normenausschuß der deutschen Industrie für Gußeisen 2. Schmelzung folgende Begriffserklärung[2]:

„Gußeisen wird aus Roheisen allein oder mit Bruch-eisen, Stahlabfällen und anderen Schmelzzusätzen erschmolzen und in Formen gegossen, jedoch keiner Nachbehandlung zwecks Schmiedbarmachung unterworfen. Je nach der Menge des ausgeschiedenen Graphits ist zu unterscheiden:

a) graues Gußeisen (Grauguß) mit reichlicher Graphitausscheidung,

b) halbgraues Gußeisen mit geringer Graphitausscheidung,

c) weißes Gußeisen ohne oder nur mit Spuren von Graphitausscheidung,

d) Hartguß oder Schalenguß mit weißer Außenzone und grauem Kern."

Metallographie des Gußeisens.

Was verstehen wir nun vom metallographischen Standpunkt aus unter weißem, halbgrauem und grauem Gußeisen? Zur Beantwortung dieser Frage ist es erforderlich, kurz auf das Erstarrungsschaubild der Kohlenstoff-Eisenlegierungen einzugehen. Abb. 1 gibt das Erstarrungs- und Umwandlungsschaubild der reinen Kohlenstoff-Eisenlegierungen wieder, wie es unter Berücksichtigung der neuesten Forschungsergebnisse vom Verein Deutscher Eisenhüttenleute im Jahre 1925 aufgestellt ist. Die stark ausgezogenen Linien beziehen sich auf das metastabile System Eisen—Karbid und die gestrichelten auf das stabile System Eisen—Graphit. Vorausgeschickt sei, daß nach übereinstimmenden Untersuchungen sämtlicher Forscher, die sich mit dem System Kohlenstoff—Eisen befaßt haben[1], die Kohlenstoff-Eisenlegierungen, sofern nicht ein besonderer Anreiz zur Graphitausscheidung gegeben ist, außerordentlich große Neigung haben, nach dem metastabilen System (Eisen—Karbid) zu erstarren.

Der Erstarrungsvorgang einer Legierung mit etwa 2,5% Kohlenstoff würde sich demnach wie folgt abspielen:

Bei etwa 1350° beginnt die Ausscheidung von γ-Mischkristallen, deren Gehalt an Kohlenstoff zunächst nur etwa 0,5% C beträgt. Mit fallender Temperatur scheiden sich immer mehr γ-Mischkristalle aus der noch flüssigen Schmelze aus, zugleich wächst ihr Gehalt an Kohlenstoff entsprechend dem Kurvenzug $J-E$, bis schließlich bei 1145° das Sättigungsvermögen des γ-Eisens für Kohlenstoff (Punkt E mit etwa 1,7% C) erreicht ist. Der flüssige Anteil der Legierung hat sich entsprechend dem Kurvenzug $B-C$ gleichfalls an Kohlenstoff angereichert und erstarrt nunmehr bei 1145° unter wechselseitiger Ausscheidung von gesättigten γ-Mischkristallen und Eisenkarbid zu einem Eutektikum, das die Bezeichnung Ledeburit erhalten hat.

Im weiteren Verlauf der Abkühlung scheidet der gesättigte γ-Mischkristall wieder nach $E-S$ Eisenkarbid (Zementit) aus, bis er bei 721° nur noch 0,9% C enthält und nunmehr zu dem Eutektoid Ferrit—Zementit (Perlit) zerfällt.

---

[1] Original: Bd. III der „Veröffentlichungen des Zentral-Verbandes der Preußischen Dampfkessel-Überwachungs-Vereine". 1927. Halle a. S. Als Vortrag gehalten auf der Sondertagung des Zentral-Verbandes am 28. Febr. 1927.

[2] DIN 1500 vgl. Betrieb 1922, S. 19.

[1] Siehe auch E. Heyn und O. Bauer: Zur Metallographie des Roheisens. Stahl u. Eisen 1907, Nr. 44.

Digitized by Google

Das Endergebnis ist also schließlich ein sehr hartes sprödes „weißes Eisen", das im Gefüge lediglich Zementit und Perlit (s. Abb. 2 $v = 350$) aufweist.

an Kohlenstoff an, bis schließlich die Temperatur 1152° erreicht ist. Hier erstarrt nunmehr ein γ-Mischkristall-Graphit-Eutektikum. Im weiteren Verlauf der Abküh-

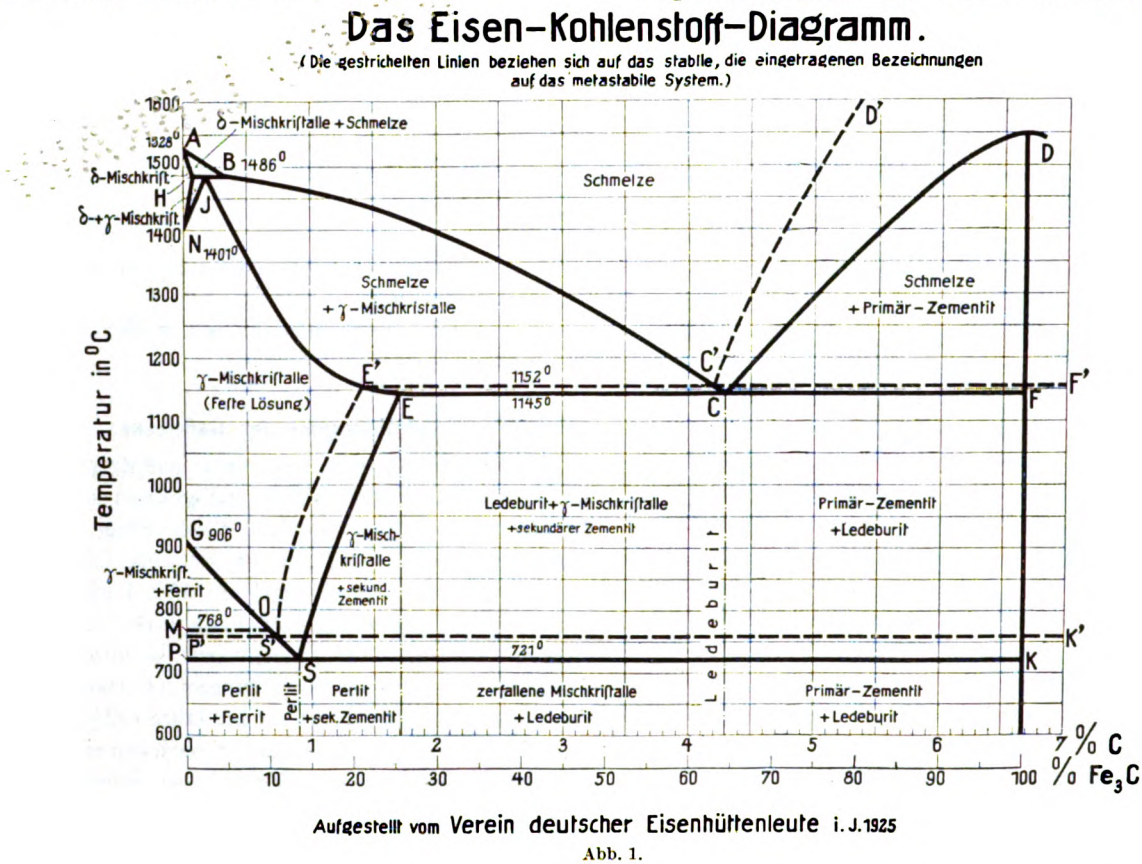
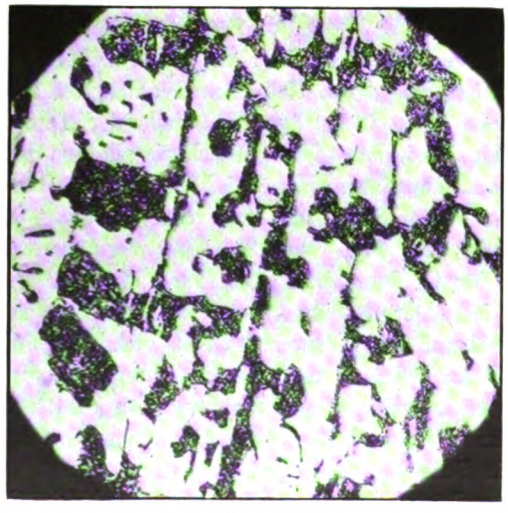


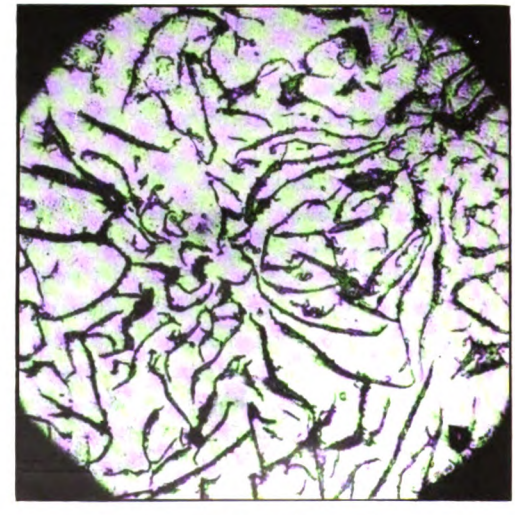
Abb. 1.

Unter ganz besonderen Bedingungen und Vorsichtsmaßnahmen (hoher Silizumgehalt, sehr langsame Abkühlung usw.) ist es auch möglich, ein Eisen zu erschmelzen, das dem endgültigen Gefügegleichgewicht Ferrit—Graphit entspricht. Die Erstarrung würde alsdann theoretisch wie folgt verlaufen:

lung scheidet jetzt der γ-Mischkristall nicht Eisenkarbid, sondern nach $E'—S'$ Graphit bzw. Temperkohle aus, bis er schließlich bei etwa 0,7% Kohlenstoff und 755° zu dem Eutektoid Ferrit—Graphit zerfällt. Das Endergebnis ist ein sehr weiches Eisen, das im Gefüge lediglich Ferrit und Graphit aufweist (s. Abb. 3 $v = 200$). Für den



6013 Abb. 2. „Weißes" Eisen. $v = 350$



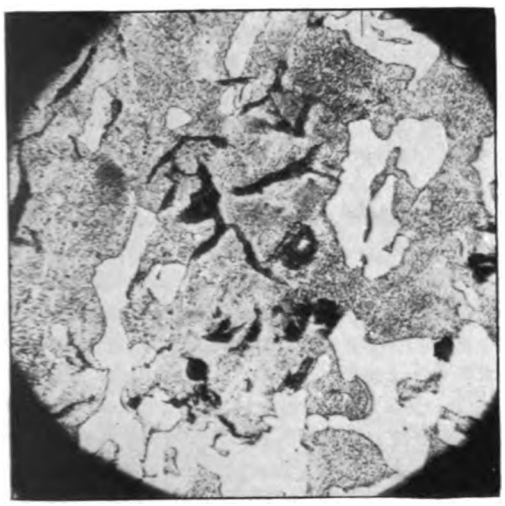
8352 Abb. 3. „Ferrit-Graphit"-Eisen. $v = 200$

Der Kohlenstoffgehalt der Schmelze betrage wieder 2,5%. Zunächst verläuft die Erstarrung wie bei dem metastabilen System, unter Ausscheidung von γ-Mischkristallen. Sowohl die γ-Mischkristalle wie auch die noch flüssige Schmelze reichern sich dabei wie früher

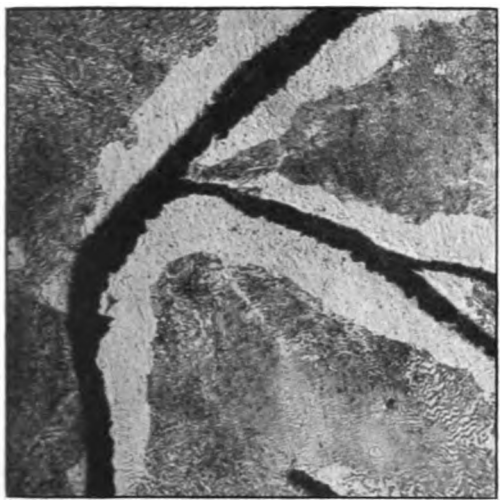
Maschinenbauer kommt als Baustoff weder das sehr harte spröde weiße Eisen noch das sehr weiche und geringe Festigkeit aufweisende Ferrit-Graphit-Eisen in Betracht; er braucht ein Gußeisen, das neben einer guten Bearbeitbarkeit auch eine gewisse Festigkeit aufweist.

Digitized by Google

Unsere üblichen technischen Gußeisensorten müssen somit dem Gefügeaufbau nach zwischen diesen beiden



6914 Abb. 4. „Halbgraues" Eisen. $v = 350$



9126 Abb. 6. „Tiefgraues" Eisen. $v = 200$

Grenzsystemen liegen. Das ist auch in der Tat der Fall. Das Gefüge des technischen grauen Gußeisens besteht in der Regel aus Graphit und Perlit, bei tiefgrauem Eisen tritt noch freier Ferrit und bei halbgrauem Eisen freier Zementit auf. Die absichtlich zugesetzten Stoffe Silizium und Mangan bilden mit dem Eisen Mischkristalle, sie treten also nicht als besondere Gefügebestandteile in Erscheinung, wohl aber von bestimmten Gehalten an der Phosphor, der ein Phosphideutektikum bildet, ebenso ist der Schwefel als Schwefeleisen oder Schwefelmangan im Gefüge erkennbar.

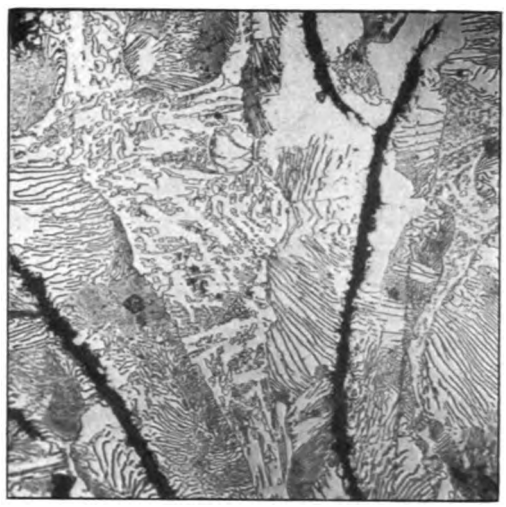
Die Lichtbilder 4 bis 8 zeigen einige typische Aufnahmen von technischen Gußeisensorten. Abb. 4 ($v = 350$) entspricht einem halbgrauen Eisen. Neben reichlichen Zementitmengen treten bereits Graphitblätter auf.

Abb. 5 ($v = 200$) zeigt ein graues Eisen, das seinem Gefügeaufbau nach vorwiegend aus Perlit und Graphit besteht.

Abb. 6 ($v = 200$) entspricht einem tiefgrauen Eisen mit sehr groben Graphitblättern, viel Ferrit und Perlit.

Abb. 7 ($v = 200$) zeigt reichliche Phosphideutektikumeinschüsse neben Perlit, Ferrit und Graphit.

8353 Abb. 5. „Graues" Eisen. $v = 200$



11307 Abb. 7. Phosphorreiches Gußeisen. $v = 200$

2633 Abb. 8. Thomas-Roheisen mit Sulfideinschlüssen. $v = 365$

Abb. 8 ($v = 365$) zeigt schließlich Sulfideinschüsse in einem Thomas-Roheisen.

Schon dem Nichtfachmann dürfte das außerordentlich verschiedene Kleingefüge auffallen. Es erscheint

Digitized by Google

ohne weiteres verständlich, daß auch die Festigkeitseigenschaften verschiedene sein werden und daß auch das chemische Verhalten durch den Gefügeaufbau weitgehend beeinflußt werden dürfte.

Derjenige Körper aber, der in erster Linie auf das mechanische und chemische Verhalten des grauen Gußeisens von Einfluß ist, ist, wie wir sehen werden, der Graphit.

Umstände, die auf die Graphitausscheidung von Einfluß sind.

Dem Gießer ist bereits seit undenklichen Zeiten bekannt, daß von allen Zusatzstoffen zum Gußeisen das Silizium die Graphitausscheidung am weitgehendsten begünstigt[1] und daß ferner die Abkühlungsgeschwindigkeit während und nach der Erstarrung auf die Menge und Art der Graphitausscheidung von maßgebendem Einfluß ist. Er macht von diesen, zunächst wohl auf rein empirischem Wege gefundenen Erkenntnissen bereits seit langer Zeit weitgehendsten Gebrauch, indem

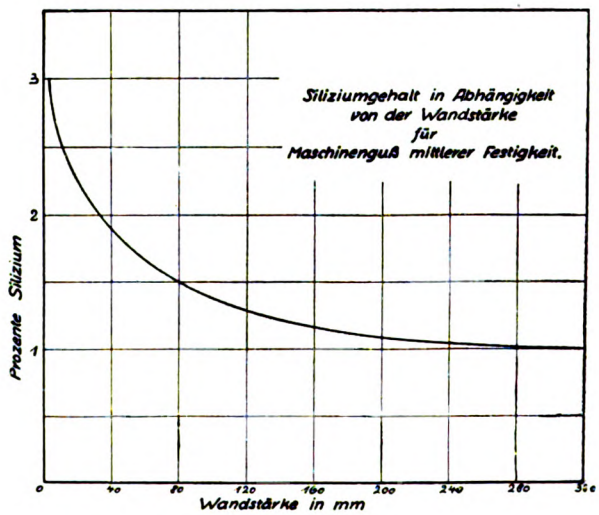


Abb. 9.

er je nach den Querschnittsabmessungen seiner Gußstücke den Siliziumgehalt erhöht oder verringert.

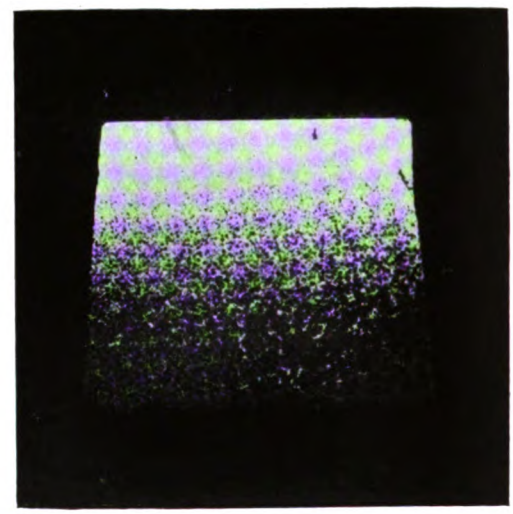
Handelt es sich um Gußstücke von großen Abmessungen und Querschnitten, die entsprechend langsam abkühlen, so genügt bereits ein geringer Siliziumgehalt, um noch graues, bearbeitbares Gußgefüge zu erzielen, bei dünnwandigen schnell erstarrenden Stücken muß der Siliziumgehalt entsprechend höher sein, damit nicht weißer, harter und nicht bearbeitbarer Guß entsteht. In der Regel schwanken die Siliziumgehalte zwischen 0,8 und 3% Si. Abb. 9 gibt eine schematische Kurve, die den üblichen Siliziumgehalt in Abhängigkeit von der Wandstärke darstellt. Sie gilt angenähert für Maschinenguß mittlerer Festigkeit. Für Sonderzwecke, z. B. für Zylinderguß, Maschinenguß hoher Festigkeit usw. pflegt der Siliziumgehalt in der Regel unter der in Abb. 9 dargestellten Kurve zu liegen.

[1] Auf den Einfluß anderer Zusatzstoffe (z. B. Mangan usw.) hier einzugehen, würde zu weit führen. Näheres findet der Leser im „Handbuch der Eisen- und Stahlgießerei", herausgegeben von Dr.-Ing. G. Geiger, I. Bd., 2. Aufl. Berlin: Julius Springer 1925.

Auch die Erzeugung des Hartgusses oder Schalengusses beruht auf obigen uralten Erkenntnissen. Soll irgendein Gußstück (z. B. eine Walze) eine harte Oberfläche erhalten, im Inneren aber grau erstarren, so gießt man das Stück auf Schalen und beschleunigt dadurch künstlich die Abkühlung der Oberfläche. Sie erstarrt infolgedessen „weiß". Die „weiße" harte Schicht geht allmählich in halbgraues Eisen über und der Kern, sowie die nicht auf „Schalen" gegossenen Teile erstarren „grau".

Abb. 10 zeigt in natürlicher Größe ein auf Schalen gegossenes Hartgußstück. Außer den genannten Umständen, die auf die Graphitausscheidung von Einfluß sind: chemische Zusammensetzung bzw. Höhe des Siliziumgehaltes und Abkühlungsgeschwindigkeit während und nach der Erstarrung tritt neuerdings ein weiteres Moment in den Vordergrund des Interesses, dem der Gießer bisher im allgemeinen nur wenig Bedeutung beigemessen hat. Es ist die Temperatur des flüssigen Bades.

Piwowarsky[1] hat festgestellt, daß für jedes flüssige Gußeisen ein bestimmter von der chemischen Zusammen-



1334 Abb. 10. Hartguß. $v = 1$

setzung abhängiger kritischer Temperaturwendepunkt besteht, der je nach der Art des Gußeisens bei etwa 1400 bis 1500° liegt. Wird das flüssige Eisen auf Temperaturen erhitzt, die noch unter diesem Wendepunkt liegen, so zeigt es mit steigender Temperatur und gleichzeitig auch mit steigender Zeitdauer der Erhitzung zunehmend Neigung „weiß" zu erstarren, die Graphitausscheidung wird also immer geringer und die Graphitblätter werden immer feiner.

Abb. 11 ist der Arbeit von Piwowarsky entnommen, sie bezieht sich auf ein Schwedisches Roheisen mit rund 4% Gesamtkohlenstoff. Aus Abb. 11 geht deutlich hervor, daß mit steigender Temperatur die Menge des gebundenen Kohlenstoffs zunimmt, die Graphitmenge demnach geringer wird.

Ist der Temperaturwendepunkt aber überschritten, so wächst wieder die Neigung zur Ausscheidung von Graphit. Piwowarsky glaubt, daß diese eigenartige

[1] E. Piwowarsky: Über den Einfluß der Temperatur auf die Graphitbildung im Roh- und Gußeisen. Werkstoffausschuß Bericht Nr. 63 des V. d. Eisenhüttenleute vom 17. Juni 1922.

Digitized by Google

Erscheinung mit der Koexistenz zweier Molekülarten im flüssigen Zustand zusammenhängt, denen er je nach der vorherrschenden Molekülart eine graphitfördernde oder karbidfördernde Wirkung bei der Erstarrung zuschreibt.

Hanemann[1] konnte die Versuche von Piwowarsky bestätigen, er lehnt jedoch die Theorie der verschiedenen Molekülarten im flüssigen Zustand ab. Nach seiner Theorie wird beim Schmelzen von grauem Roheisen nicht sofort aller Graphit restlos aufgelöst, sondern es verbleiben Graphitreste zunächst noch einige Zeit in der flüssigen Schmelze. Diese Graphitreste wirken als Keime, an die bei beginnender Erstarrung grobblätteriger Graphit ankristallisiert. Ist aber die Temperatur hoch und die Zeit,

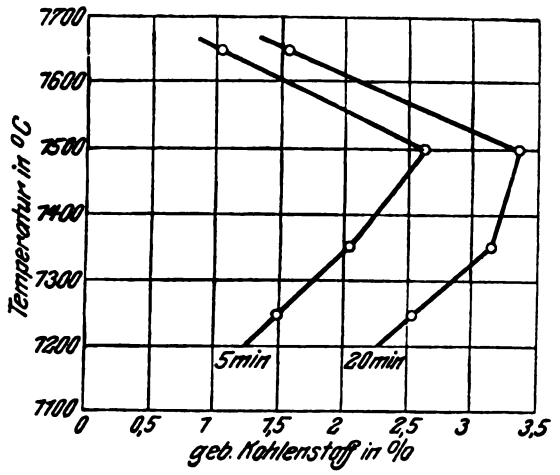


Abb. 11. Einfluß der Zeitdauer und Temperatur der Erhitzung auf die Graphitausscheidung. (Nach Piwowarsky.)

während der die Schmelze auf der hohen Temperatur gehalten wurde, so lange gewesen, daß der gesamte Graphit in Lösung gegangen war, so wird die Kristallisation so verlaufen, daß sich zunächst nur γ-Mischkristalle ausscheiden und erst bei der eutektischen Temperatur das Graphit-Eutektikum in feinster Verteilung zur Erstarrung kommt. Durch Versuchsschmelzen in kleinem Maßstabe konnte Hanemann den Nachweis der Richtigkeit seiner Theorie erbringen.

Wie sich seine Theorie mit dem Schmelzen im Kupolofen verträgt, bei dem das flüssige Eisen stets mit elementarem Kohlenstoff in Berührung steht, eine Keimwirkung also immer anzunehmen ist, muß noch erwiesen werden; fest steht jedoch, daß neben der chemischen Zusammensetzung und der Geschwindigkeit der Abkühlung auch noch die Zeitdauer und die Temperatur der Erhitzung des flüssigen Eisens Einfluß auf die Art und Menge der Graphitausscheidung haben.

Einfluß der Begleitelemente Silizium, Mangan, Phosphor und Schwefel auf die Eigenschaften des grauen Gußeisens.

So einfach die Beantwortung der Frage über die Beeinflussung der Materialeigenschaften durch die Begleitelemente etwa beim Flußeisen oder Stahl ist, so schwierig ist die eindeutige Beantwortung beim Gußeisen, da hier der Einfluß kein einfacher, sondern ein mehrfacher ist[1]:

1. können die Begleitelemente die Eigenschaften der Grundmasse beeinflussen, sei es, daß sie von der Grundmasse als Mischkristalle aufgenommen werden, sei es, daß sie zur Bildung neuer Gefügebestandteile Veranlassung geben,

2. haben sie, wie schon erwähnt, Einfluß auf die Graphitausscheidung, die sie teils begünstigen teils behindern.

Da aber die Graphitausscheidung wie ebenfalls bereits erwähnt noch durch die Temperatur und Abkühlungsverhältnisse maßgebend beeinflußt wird, so können sich unter Umständen die verschiedenen Einflüsse überschneiden und sich teils gegenseitig aufheben, teils wieder verstärken.

Soweit sich also beim Gußeisen bezüglich des Einflusses der Begleitelemente auf die Festigkeitseigenschaften etwas aussagen läßt, muß diese Aussage stets auch die die Graphitausscheidung fördernde oder behindernde Wirkung einbeschließen.

Im allgemeinen darf die Kenntnis des Einflusses der üblichen Begleitelemente auf die Graphitausscheidung heute wohl als Gemeingut eines jeden Gießers[2] angesehen werden. Ich kann mich daher kurz fassen.

Daß das Silizium von allen Begleitelementen am weitgehendsten die Graphitausscheidung befördert, wurde schon erwähnt, gleichzeitig wirkt es vermindernd auf das Sättigungsvermögen des flüssigen Eisens für Kohlenstoff. Da Silizium innerhalb der üblichen Gehalte mit dem Eisen Mischkristalle bildet, so tritt es als besonderer Gefügebestandteil nicht in Erscheinung.

Die Festigkeit der Grundmasse wird zwar durch steigenden Siliziumgehalt gesteigert, die Steigerung ist jedoch nicht erheblich, sie wird durch den Einfluß erhöhter Graphitausscheidung vollkommen überdeckt.

Das Mangan ist das zweitwichtigste Begleitelement des grauen Gußeisens. Es wirkt im Gegensatz zum Silizium erschwerend auf die Graphitausscheidung. Das Verhältnis Mangan/Silizium spielt jedoch nach Wüst hierbei ebenfalls eine Rolle.

Da Eisen und Mangan ebenfalls Mischkristalle bilden und das Mangankarbid Mn_3C sich mit dem Eisenkarbid Fe_3C auch zu Mischkristallen vereinigt, so treten auch in manganhaltigen Gußeisensorten die gleichen Gefügebestandteile auf wie in manganfreien.

Das reine Mangankarbid Mn_3C ist auch bei Zimmertemperatur stabil, es verleiht als Mischkristall mit dem instabilen Eisenkarbid Fe_3C dem letzteren einen etwas höheren Grad der Beständigkeit, ohne es jedoch vollständig stabil zu machen, erschwert aber in jedem Fall die Aufspaltung des Zementits in Ferrit und Graphit bzw. Temperkohle.

Der Einfluß des Mangans auf die Festigkeitseigenschaften der Grundmasse ist beträchtlich; Biegefestigkeit

[1] Hanemann: Die Theorie des Graugusses. Monatsbl. d. Berliner Bezirksvereins deutscher Ingenieure, 1. April 1926, Nr. 4.

[1] Siehe auch Oberhofer: Das technische Eisen, 2. Aufl. Berlin: Julius Springer 1925.

[2] Wesentlichen Aufschluß über die Wirkung der Begleitelemente auf die Eigenschaften des Graugusses verdanken wir den Arbeiten von Wüst und seinen Schülern.

Digitized by Google

und Zugfestigkeit werden gesteigert, Härte und Sprödigkeit nehmen jedoch allmählich zu.

Die Aufnahmefähigkeit des Eisens für Kohlenstoff wächst mit steigendem Mangangehalt, gleichzeitig wächst aber die Neigung, den Kohlenstoff in karbidischer Form zur Ausscheidung zu bringen, also die Graphitausscheidung zu verringern. Hierdurch wird beim Grauguß dem Manganzusatz schnell eine obere Grenze gesetzt. Im allgemeinen schwankt der Mangangehalt, je nach der Art des Gusses, zwischen 0,3 und 1% Mn.

Der Phosphor wirkt bezüglich der Graphitausscheidung ähnlich, jedoch bei weitem nicht so kräftig wie Silizium, auch die Lösungsfähigkeit des flüssigen Eisens für Kohlenstoff nimmt mit steigendem Phosphorgehalt ab. Sehr beträchtlich ist der Einfluß des Phosphors auf den Beginn und das Ende der Erstarrung. Beide werden in tiefere Temperaturzonen herabgedrückt. Aber auch nach dem Festwerden des Eutektikums bleibt ein Rest der Schmelze noch flüssig und erstarrt erst bei etwa 950°. Es handelt sich hierbei um ein ternäres Eisen-Karbid-Phosphid-Eutektikum, das im grauen Gußeisen allerdings meist nur als binäres Phosphid-Eutektikum in Erscheinung tritt, da das Karbid unter Graphit- bzw. Temperkohleausscheidung zersetzt ist. Das Phosphid (Fe_3P) ist ein harter spröder Gefügebestandteil. Die statischen Festigkeitseigenschaften (Zug-, Biegefestigkeit, Durchbiegung) des Gußeisens werden jedoch nach Wüst bis zu etwa 0,3% P günstig beeinflußt. Eine ungünstige Beeinflussung tritt erst bei höheren Gehalten auf. Die dynamischen Festigkeitseigenschaften (z. B. gemessen durch die spezifische Schlagarbeit) werden bis etwa 0,6% Phosphor ungünstig beeinflußt, das Eisen wird spröder. Höhere Phosphorgehalte bedingen nur noch geringe weitere Verschlechterung. Im allgemeinen schwankt der Phosphorgehalt im technischen grauen Gußeisen zwischen 0,2 und 1,5% P, also innerhalb sehr weiter Grenzen. Ein hoher Phosphorgehalt macht das Eisen dünnflüssig, wird also bei dünnwandigen Gußstücken nicht ungern gesehen. Für feuerbeständigen Guß sollte jedoch der Phosphorgehalt so niedrig wie möglich sein.

Der Schwefel wird ganz allgemein vom Gießer als störender Bestandteil empfunden; er sucht ihn mit allen Mitteln der Schmelz- und Gießkunst so niedrig wie möglich zu halten. Schwefel drückt bei höheren Gehalten das Sättigungsvermögen des Eisens für Kohlenstoff herunter und wirkt gleichzeitig hindernd auf die Graphitausscheidung. Im erstarrten Eisen tritt er als gesonderter Gefügebestandteil als Schwefeleisen bzw. Schwefelmangan in Erscheinung.

Bei den kleinen Gehalten, die im technischen grauen Gußeisen vorkommen, ist eigentlich nicht recht einzusehen, inwiefern Schwefel das mechanische Verhalten des Gußeisens besonders ungünstig beeinflussen könnte. Die kleinen rundlichen Einschlüsse von Schwefeleisen oder Schwefelmangan unterbrechen zwar den Zusammenhang der Grundmasse, die Unterbrechung ist jedoch bei weitem nicht so einschneidend wie sie durch grobblätterigen Graphit verursacht wird. Ich glaube, daß die Angst des Gießers vor dem Schwefel vor allem auf gießtechnischem Gebiet zu suchen ist. Schwefel gibt im flüssigen Bade zu Gasentwicklung Veranlassung und erschwert dadurch die Erzielung dichter, lunkerfreier Gußstücke.

Interessante Versuche über den Einfluß des Schwefels auf die mechanischen Eigenschaften des grauen Gußeisens haben Wüst und Miny[1] ausgeführt. Sie fanden, daß eine schädliche Einwirkung eines steigenden Schwefelgehaltes nur bei manganhaltigen Eisensorten deutlich nachzuweisen war. Die Festigkeitswerte sanken jedoch nicht unter diejenigen von manganfreien Schmelzen. Diese überraschende Tatsache findet vielleicht darin ihre Erklärung, daß mit steigendem Schwefelgehalt immer größere Mengen von Mangan als Schwefelmangan gebunden werden und damit keine, die Festigkeit des Gußeisens erhöhende Wirkung (z. B. als Mischkristall im Ferrit) mehr ausüben können.

Die durchschnittlichen Schwefelgehalte des technischen grauen Gußeisens schwanken zwischen 0,04 bis höchstens 0,2% S. Der letztgenannte Wert ist bereits als sehr hoch anzusehen, im allgemeinen liegen die Werte um 0,1% herum.

Meine Herren! Wir haben gesehen, daß die üblichen Begleitelemente des grauen Gußeisens unzweifelhaft auch einen gewissen unmittelbaren Einfluß auf die Festigkeitseigenschaften des Gußeisens ausüben, daß ihre Hauptwirkung aber in der Beeinflussung, sei es in einer Begünstigung oder Behinderung der Graphitausscheidung zu suchen ist.

Einfluß der Abkühlungsgeschwindigkeit auf die Festigkeitseigenschaften des grauen Gußeisens.

Ich will Ihnen hier nur an einem Beispiel zeigen, daß die Beeinflussung der Graphitausscheidung durch die Abkühlungsverhältnisse unter Umständen alle anderen Einflüsse vollkommen überdecken kann. Es handelt sich um Untersuchungen, die bereits vor Jahren im Staatl. Materialprüfungsamt durchgeführt wurden, über die Heyn[2] bereits 1906 in „Stahl und Eisen" berichtet hat, die aber auch heute noch genau so lehrreich sind wie damals. Aus einem Gußeisen folgender Zusammensetzung

Gesamtkohlenstoff	3,38 %
Silizium	2,51 %
Mangan	0,81 %
Phosphor	0,56 %
Schwefel	0,095%

wurden nach Abb. 12 quadratische Stäbe verschiedener Dicke in einem Guß in üblicher Weise gegossen. Der kleinste Querschnitt war 12 × 12 und der größte 155 × 155 mm. Die Abkühlungsgeschwindigkeit des einzelnen Stabes wurde lediglich durch die Querschnittsabmessungen beeinflußt: Der Gesamtkohlenstoffgehalt und die Graphitmenge wurden chemisch ermittelt, die Zahl der Graphitkeime für ein Gesichtsfeld von 1 qmm ausgezählt, die Graphitverteilung metallographisch festgelegt und schließlich die Biegefestigkeit ermittelt.

[1] F. Wüst und J. Miny: Über den Einfluß des Schwefels auf die mechanischen Eigenschaften des grauen Gußeisens. Ferrum Bd. 14, S. 97 u. 113. 1917.

[2] E. Heyn: Metallographische Untersuchungen für das Gießereiwesen. Stahl u. Eisen 1906, S. 1295 u. 1296.

Digitized by Google

In Abb. 13 sind die Ergebnisse übersichtlich zusammengestellt.

Der Gesamtkohlenstoffgehalt war bei allen Querschnitten der gleiche, die Graphitmenge jedoch bei den Stäben mit kleinem Querschnitt nur gering; sie stieg

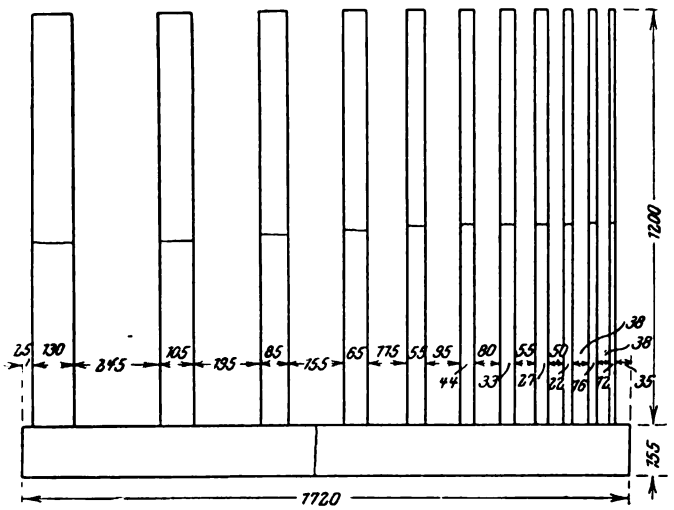


Abb. 12. Abmessungen der Gußstäbe.

allmählich an und erreicht bei 55×55 mm Querschnitt den Höchstwert von 3% Graphit, der sich auch bei den großen Querschnitten nicht mehr wesentlich änderte.

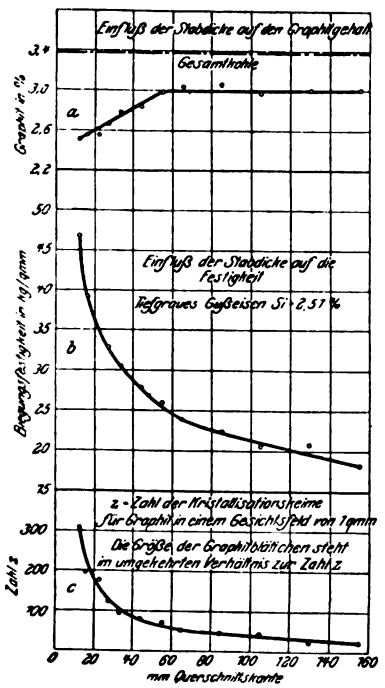


Abb. 13. Einfluß der Stabdicke auf das Verhalten von grauem Gußeisen.

Die Kurve der Biegefestigkeit ist ebenfalls in Abb. 13 eingezeichnet.

Der Stab mit geringstem Graphitgehalt weist die höchste Biegefestigkeit auf. Die Kurve fällt zunächst schnell bis der Gehalt von 3% Graphit erreicht ist (Stab mit 55×55 mm Querschnitt) und sinkt von da ab, trotz gleichbleibendem Graphitgehalt, langsam weiter ab. Die Zugfestigkeit wurde nicht ermittelt; es ist aber bekannt und durch Versuche von Oberhoffer und Poensgen[1] erneut festgestellt, daß die Änderung der Zugfestigkeit schon von kleinen Stabquerschnitten ab (etwa 20 bis 25 mm Durchmesser) durchaus parallel mit der Änderung der Biegefestigkeit verläuft.

Die Erklärung für das auffallende Absinken der Biegefestigkeit bei gleichem Graphitgehalt, gibt die unterste Kurve in Abb. 13, die die Anzahl z der Kristallisationskeime für Graphit in einem Gesichtsfeld von 1 qmm darstellt.

Je größer die Zahl der Graphitblättchen in einer bestimmten Fläche ist, um so kleiner fallen bei gleich großem Gesamtgraphitgehalt die einzelnen Blättchen aus. Bei den Stäben mit großem Querschnitt ist die Anzahl der Graphitblättchen für 1 qmm Gesichtsfeld nur sehr klein, die einzelnen Blättchen müssen daher sehr groß und kräftig entwickelt sein.

In Abb. 14 sind einige Aufnahmen, die die Graphitverteilung kennzeichnen, wiedergegeben.

Die Lichtbilder zeigen deutlich, wie mit zunehmendem Querschnitt die Größe der einzelnen Graphitblätter wächst. Der Unterschied zwischen dem Stab mit größtem Querschnitt (155×155 mm) und dem Stab mit kleinstem Querschnitt (12×12 mm) ist gewaltig. Es ist ohne weiteres verständlich, daß so lange und grobe Graphitblätter infolge Unterbrechung des Zusammenhanges der Grundmasse die Festigkeitseigenschaften des Gußeisens sehr wesentlich herabdrücken müssen.

Meine Herren! Diese Versuche, die inzwischen mehrfach von anderer Seite wiederholt und bestätigt wurden, werfen ein scharfes Schlaglicht auf die Zulässigkeit der Beurteilung der Festigkeitseigenschaften eines Gußstückes mit verschiedenen Querschnitten auf Grund besonders gegossener oder auch angegoßener Probestäbe.

Das Gußstück wird trotz gleicher chemischer Zusammensetzung und selbst trotz gleichen Graphitgehaltes nur in den Fällen und nur an den Stellen die gleiche Festigkeit wie der Probestab aufweisen, bei denen seine Querschnittsabmessungen mit dem Querschnitt des Probestabes übereinstimmen. Schon verhältnismäßig kleine Unterschiede im Querschnitt bedingen andere Abkühlungsverhältnisse, andere Art der Graphitausscheidung und damit auch andere Festigkeitswerte.

Ich will damit nicht sagen, daß dem angegossenen Probestab überhaupt jede Bedeutung abzusprechen wäre. Er gibt dem Abnahmebeamten bzw. dem Besteller des Gußstückes zweifellos einen gewissen Anhalt über die Güte des Materials; ich will lediglich davor warnen, den an Probestäben ermittelten Festigkeitswerten eine gar zu große Bedeutung gegenüber der Festigkeit des Gußstückes selbst beizumessen, namentlich wenn es sich um große, schwere Gußstücke oder um Gußstücke mit stark wechselnden Querschnittsabmessungen handelt.

Sahen wir doch, daß in dem erwähnten Beispiel (Abb. 13) Querschnittsunterschieden von 12×12 und 155×155 mm Unterschiede in der Biegefestigkeit von 47 und 17 kg/qmm entsprechen und daß diese Unterschiede lediglich durch die verschiedene Abkühlungsgeschwindigkeit bzw. durch die wechselnde Menge und Größe der Graphitblätter bedingt waren.

Veredelung des Gußeisens durch Legierungszusätze.

Die Anforderungen, die die Praxis an das Gußeisen stellte, waren Jahrhunderte lang keine sehr erheblichen. Sie verlangte lediglich eine gewisse Festigkeit, die je nach der Art des Gußstückes schwankte, und gute Bearbeitbarkeit. Beides Anforderungen, die in der Regel mit den üblichen, dem Gießer durch Tradi-

[1] P. Oberhoffer und Poensgen: Über den Einfluß des Probestabquerschnittes auf die Zug- und Biegefestigkeit von Gußeisen. Stahl u. Eisen Bd. 42, S. 1189. 1922.

Digitized by Google

tion überkommenen Hilfsmitteln ohne besondere Schwierigkeiten zu erzielen waren.

Das Gußeisen stagnierte gewissermaßen. Erst die großen Erfolge, die die Flußeisen- und Flußstahlerzeugung durch Legierungszusätze und durch sachgemäße Wärmebehandlung erzielt hatte, gaben, verbunden mit den allmählich steigenden Ansprüchen des Maschinenbaus den Anstoß zu dem Versuch, auch beim Gußeisen durch Legierungszusätze eine Qualitätssteigerung zu erzielen.

Im Jahre 1920 habe ich in Breslau in Gemeinschaft mit meinem damaligen 1. Assistenten Dr. Piwowarsky die ersten Versuche „Über den Einfluß eines Nickel- und Kobaltzusatzes auf die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Gußeisens[1]“ durchgeführt. Wir konnten feststellen, daß ein mäßiger Nickelgehalt (0,5 bis 1% Ni) die mechanischen Eigenschaften des Graugusses um etwa 20 bis 30% verbesserte. Bei höheren Gehalten trat durch zu starke Begünstigung der Graphitbildung, die durch Nickel nicht verfeinert, sondern eher vergröbert wurde, ein Abfall der Güteziffern ein. Kobalt wirkte im Gegensatz zum Nickel auf Erschwerung der Graphitbildung hin, das Eisen zeigte große Neigung „weiß“ zu erstarren.

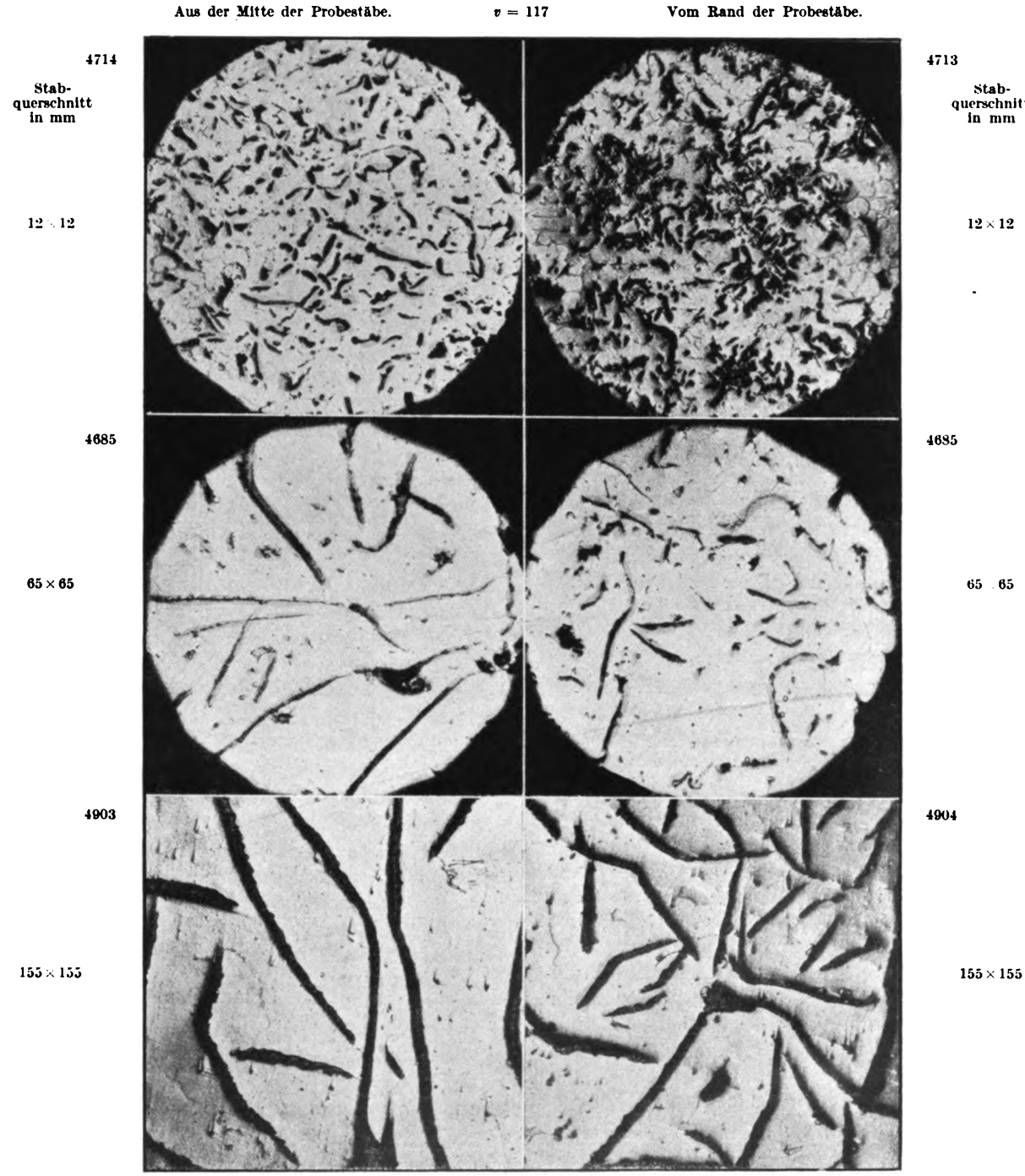


Abb. 14. Einfluß der Stabdicke auf die Graphitausscheidung.

[1] O. Bauer und E. Piwowarsky: Der Einfluß eines Nickel- und Kobaltzusatzes auf die chemischen und physikalischen Eigenschaften des Gußeisens. Stahl u. Eisen 1920, Nr. 39.

Digitized by Google

Im Jahre 1921 erstattete ich auf der Tagung des Hauptausschusses für Gießereiwesen in München Bericht über diese Versuche und regte zugleich an, sie auf breiterer Grundlage und unter Hinzuziehung weiterer Legierungszusätze wie Titan, Vanadium, Chrom, Wolfram, Molybdän, Kupfer usw. fortzusetzen.

Prof. Dr. Piwowarsky, der inzwischen nach Aachen übergesiedelt war, hat in mehrjähriger Arbeit die Versuche durchgeführt und darüber im Jahre 1925 in „Stahl und Eisen"[1] berichtet.

Das Ergebnis entsprach nicht voll den Erwartungen. Zwar konnten durch den einen oder anderen Zusatz (z. B. Titan, Vanadium, Wolfram) die Eigenschaften der Grundmasse günstig beeinflußt werden; wesentlicher war aber stets der Einfluß auf die Graphitausscheidung, und dieser überdeckte je nachdem, ob er in positiver oder negativer Richtung wirkte, den Einfluß der Verfestigung der Grundmasse.

Piwowarsky selbst bemerkt zu seinen Versuchsergebnissen: „So beachtenswert der Einfluß einiger der hier behandelten Elemente auf die Eigenschaften von Grauguß auch sein mag, so betrübend ist es, wenn man die Ergebnisse dieser mehrjährigen Versuche vergleicht mit dem, was inzwischen in der Praxis auf dem Wege der Herstellung hochwertigen Gußeisens anscheinend schon gelungen ist, und zwar ohne teure Spezialzusätze, vielmehr durch einfache Regelung der im Gußeisen bereits vorhandenen Elemente, insbesondere des Kohlenstoffs und des Siliziums", und damit letzten Endes durch Regelung der Graphitausscheidung. Immerhin glaube ich, daß die Akten über die „Veredelung des Gußeisens durch Legierungszusätze" damit noch nicht endgültig geschlossen sind. Es wird allerdings noch mancher Arbeit bedürfen, um hier klarer zu sehen.

Der Einfluß höherer Temperaturen auf die Eigenschaften des grauen Gußeisens.

Der Graphit selbst kommt als Träger der Festigkeit nicht in Betracht, der Einfluß erhöhter Temperatur kann sich daher lediglich auf die Grundmasse erstrecken.

Die Grundmasse ist als Kohlenstoffstahl aufzufassen, dessen Festigkeitsänderungen mit der Temperatur bekannt sind[2]; wenn man aber berücksichtigt, daß das Arbeitsvermögen der stahlähnlichen Grundmasse beim Gußeisen infolge Unterbrechung des Zusammenhanges durch den Graphit nie vollständig erfaßt wird, sondern stets beträchtlich hinter der Festigkeit eines gleichen Werkstoffes ohne zwischengelagerte Graphitblätter zurückbleibt, so darf wohl geschlossen werden, daß mäßige Temperaturerhöhungen auf die Festigkeitseigenschaften keinen wesentlichen Einfluß ausüben können.

Damit stehen Versuche von Campion und Donaldson[3] in Übereinstimmung, die die Festigkeit von vier Gußeisensorten bei höheren Temperaturen ermittelten. Sie fanden bis 400 bzw. 500° keine wesentliche Veränderung, erst von etwa 600° an sank die Festigkeit.

Der Einfluß erhöhter Temperatur macht sich beim Gußeisen in anderer Weise bemerkbar. Es tritt hier ein Moment in den Vordergrund, das beim Eisen und Stahl keine oder nur eine untergeordnete Rolle spielt, es handelt sich um den Stabilitätsgrad des Werkstoffes.

Wir wissen, daß alle unsere technischen Kohlenstoff-Eisenlegierungen in dem Zustand, in dem sie ihre günstigsten Eigenschaften entfalten, eigentlich instabil sind. Sie streben alle dem stabilen Gleichgewicht Ferrit—Graphit zu, nur ist der Grad der Instabilität je nach der Art des Werkstoffes ein sehr verschiedener.

Es ist ja bekannt, daß schon gewisse hochgekohlte Stahlsorten unter dem Einfluß höherer Temperaturen dazu neigen, Temperkohle bzw. Graphit auszuscheiden, viel größer ist diese Neigung bei unseren technischen Gußeisensorten, da hier die Vorbedingungen für eine Aufspaltung des Zementits viel günstiger sind; zunächst ist der Gesamtkohlenstoffgehalt höher, dann hat Gußeisen stets einen beträchtlichen Siliziumgehalt. Wir wissen aber, daß Silizium das wirksamste Mittel zur Förderung der Graphitausscheidung ist, und schließlich sind im Gußeisen bereits Graphitblätter vorhanden, die als Keime wirken. Die Aufspaltung des freien oder im Perlit enthaltenen Zementits geht unter Volumenzunahme vor sich; das Gußeisen „wächst", wie die Praxis sagt. Man hat diesem Wachsen des Gußeisens, das man ja bereits seit langer Zeit vom Temperprozeß her kannte, praktisch keine besondere Aufmerksamkeit geschenkt, da es sich beim Tempern bereits während des Herstellungsprozesses abspielte und das fertige Konstruktionsstück dadurch nicht weiter in Mitleidenschaft gezogen wurde.

Erst als die Anforderungen an das Gußeisen bezüglich der Temperaturbeständigkeit namentlich im Dampfturbinenbau immer größer wurden und die fertigen Gehäuse im Betriebe lange Zeit Temperaturen bis zu 400° ausgesetzt wurden, machte es sich störend bemerkbar und führte bereits vielfach zu großen wirtschaftlichen Schädigungen.

Abb. 15 ($v = 200$) zeigt das Kleingefüge aus einem zu Bruch gegangenen Dampfturbinengehäuse von einer Stelle, die höheren Temperaturen nicht ausgesetzt war. Es ist das übliche Gefüge grauen Gußeisens.

Abb. 16 ($v = 200$) entstammt demselben Turbinengehäuse von einer Stelle, die ständig mit dem heißen Dampf in Berührung gekommen war. Das Gefüge ist völlig umgewandelt. Der Zementit des Perlits ist völlig aufgespalten, die Grundmasse besteht nahezu aus reinem Ferrit, und die an und für sich schon groben Graphitblätter haben an Dicke wesentlich zugenommen, der abgespaltene Kohlenstoff hat sich demnach an den bereits vorhandenen Graphitblättern angelagert.

Mit dem Wachsen infolge Aufspaltung des Zementits geht, sofern Luft bzw. Sauerstoff hinzutreten kann, stets noch ein Wachsen infolge Oxydation nebenher. Die groben aufgelockerten Graphitblätter begünstigen das Eindringen der Sauerstoffe in das Innere, das Eisen oxydiert und nimmt an Volumen zu. Dieses sekundäre Wachsen kann unter Umständen noch erheblich größere

---

[1] E. Piwowarsky: Die Gußeisenveredlung durch Legierungszusätze. Stahl u. Eisen Bd. 45, S. 289. 1925. Siehe auch O. Smalleys Foundry Trade 0. 26 (1922) S. 519; Stahl u. Eisen Bd. 44, S. 498. 1924.

[2] Siehe z. B. Oberholfer: Das technische Eisen, 2. Aufl. 1925.

[3] Foundry Trade Journ. 1923, 23.

Digitized by Google

Ausmaße (mehrere Prozente) annehmen als das auf der Aufspaltung des Zementits beruhende primäre.

Auch hier wieder sehen wir, welchen maßgebenden Einfluß der Graphit auf das Verhalten des grauen Gußeisens ausübt.

11541 $v = 200$

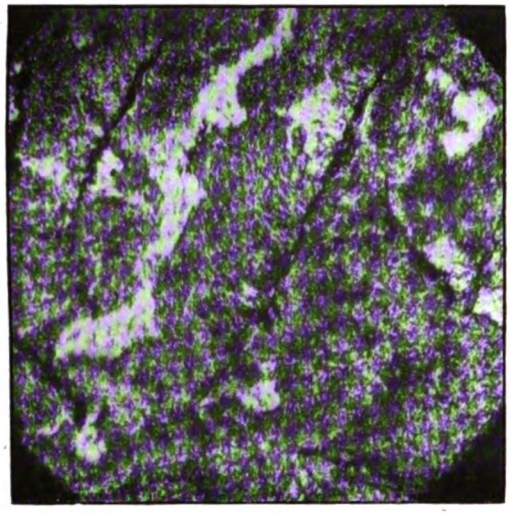


Abb. 15. Gefüge aus einem Turbinengehäuse.

Die Technik steht gerade bezüglich der Temperaturbeständigkeit des grauen Gußeisens vor einem schwierigen Problem. Einerseits muß sie dem Gußeisen Silizium zusetzen, um schon bei der Erstarrung graues, bearbeitbares Eisen zu erhalten, andererseits fördert Silizium in hohem Maße auch die Zerlegung des Zementits

11531 $v = 200$

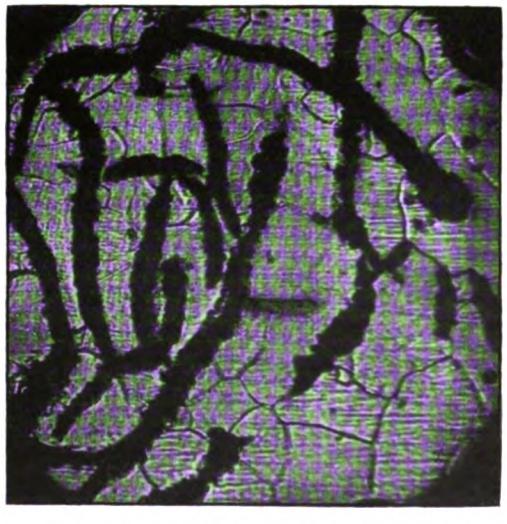


Abb. 16. Gefüge aus dem Turbinengehäuse (Abb. 15) unter dem Einfluß erhöhter Temperatur im Ferrit-Graphit aufgespalten.

nach der Erstarrung. Als Gegenmittel käme Mangan in Frage, das, wie wir sahen, dem Zementit einen höheren Grad der Beständigkeit verleiht. Der Höhe des Manganzusatzes sind aber Grenzen gezogen, da er die Erstarrung nach der Richtung des „weißen Eisens" begünstigt. Es handelt sich also hier um ein Kompromiß, das noch nicht als zum Abschluß reif angesehen werden darf. Zur Zeit sind an drei verschiedenen Stellen Untersuchungen im Gange, diese bezwecken, den Einfluß der verschiedenen Begleitstoffe des grauen Gußeisens auf die Aufspaltung des Zementits einwandfrei zu klären, und damit zugleich der Praxis Anhaltspunkte für eine geeignete Gattierung zu geben[1].

Einfluß der Graphitausbildung auf die Korrosion des grauen Gußeisens.

Auch die Korrosion des grauen Gußeisens wird durch die Art und Menge der Graphitausscheidung maßgebend beeinflußt. Lagern gußeiserne Gegenstände jahrelang in feuchtem Boden, so treten mitunter an ihnen eigenartige Zersetzungserscheinungen auf. Das Gußeisen wird weich und bröckelig und läßt sich mit dem Messer schneiden. Diese Erscheinung, die man fälschlich „Graphitierung" des Gußeisens nennt, ist eine reine Korrosionserscheinung. Das Eisen wird unter dem Einfluß der Feuchtigkeit bei Gegenwart von Luftsauerstoff allmählich in

7914 $v = 12$

Zersetzte Schicht

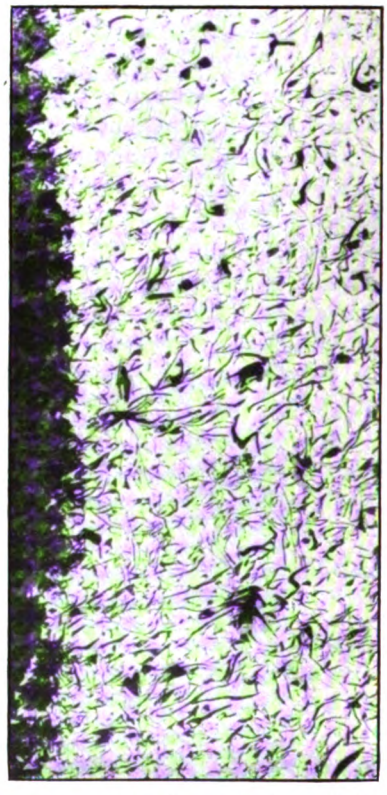


Abb. 17. Graues Gußeisen in feuchtem Erdboden, 15 Monate gelagert.

Rost umgewandelt, der Rost lagert sich zwischen den nicht angegriffenen Graphitblättern ab und verdichtet sich dort allmählich, vermutlich auch unter Mitwirkung gewisser Salze (z. B. Kalksalze) aus dem Wasser, zu einer mehr oder weniger dichten Masse[2].

Auch hierbei spielt die Menge und Größe der ausgeschiedenen Graphitblätter eine wesentliche Rolle. Ein Eisen mit sehr feiner Graphitverteilung neigt viel weniger

[1] Siehe auch Oberhoffer und Piwowarsky: Wachsen von Gußeisen. Stahl u. Eisen Bd. 45, S. 1173. 1925; Piwowarsky: Wachsen und Schwinden von Gußeisen und der hochwertige Grauguß. Gießerei-Ztg. 1925, S. 371, 414. O. Bauer und K. Sipp: Der Einfluß von Kohlenstoff, Mangan und Silizium auf das Wachsen des Gußeisens. Die Gießerei Nr. 41 und 42. 1928.

[2] O. Bauer und E. Wetzel: Zersetzungserscheinungen an Gußeisen. Ferrum 1916/17, H. 1 u. 2.

Digitized by Google

zu dieser Zersetzung, als tiefgraues Eisen mit groben Graphitblättern. Die groben Graphitblätter saugen, vermutlich infolge einer gewissen Kapillarwirkung, die Feuchtigkeit an und befördern sie in das Innere des Eisens. Abb. 17 zeigt in 12facher Vergrößerung ein tiefgraues Gußstück, das 15 Monate in feuchtem Erdboden gelegen hatte. Der Schliff war nur poliert (nicht geätzt), die zersetzte Schicht erscheint im Lichtbild dunkel. Abb. 18 zeigt in 200facher Vergrößerung den Übergang von zersetztem zu nicht zersetztem Material.

44 $v = 200$

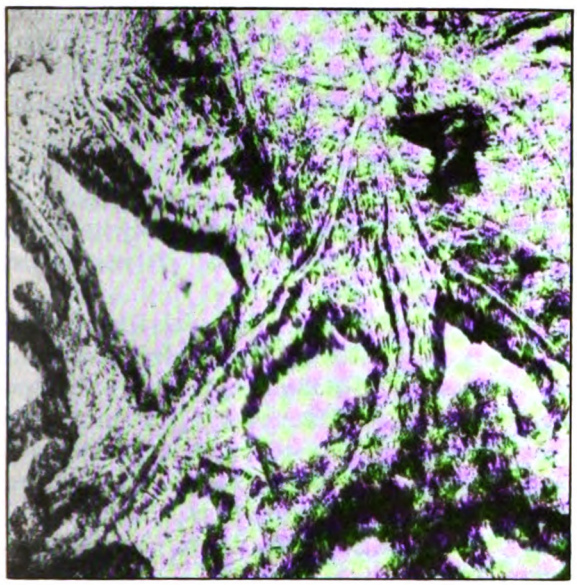


Abb. 18. Übergang von zersetztem zu nichtzersetztem Material. (Siehe auch Abb. 17.)

Die Zersetzung folgt vorwiegend den Graphitblättern und verbreitet sich, von ihnen ausgehend, nach allen Seiten.

Konzentrierte Schwefelsäure greift Eisen nicht an, sie kann daher ohne Gefahr in eisernen Gefäßen aufbewahrt oder transportiert werden. Bei tiefgrauem Gußeisen mit groben Graphitblättern wird jedoch die Schwefelsäure, wie oben, vom Graphit angesaugt. Tritt nun z. B. beim Entleeren und Reinigen des Gefäßes Feuchtigkeit hinzu, so beginnt eine tiefgehende Zerstörung des Gußeisens. Abb. 19 ($v = 2{,}4$) zeigt den Querschliff eines tiefgrauen Gußeisens, das im Betriebe mit konzentrierter Schwefelsäure in Berührung gestanden hatte. Die Schwefelsäure war bis zu 2,5 mm tief in das Eisen eingedrungen. Analytisch konnten in der zersetzten Schicht 0,214% Sulfatschwefel (0,54% SO_3) nachgewiesen werden.

Im Gußeisen mit feiner Graphitausscheidung ist die Gefahr der Zerstörung naturgemäß erheblich geringer.

Meine Herren! Ich komme zum Schluß. Durch meine ganzen Ausführungen hat sich wie ein roter oder besser gesagt, wie ein schwarzer Faden der Graphit gezogen. Wir sahen, daß die üblichen Begleitstoffe des Gußeisens nur insofern von Einfluß auf die mechanischen Eigenschaften sind, als sie Einfluß auf die Graphitausscheidung haben.

8137 $v = 2{,}4$

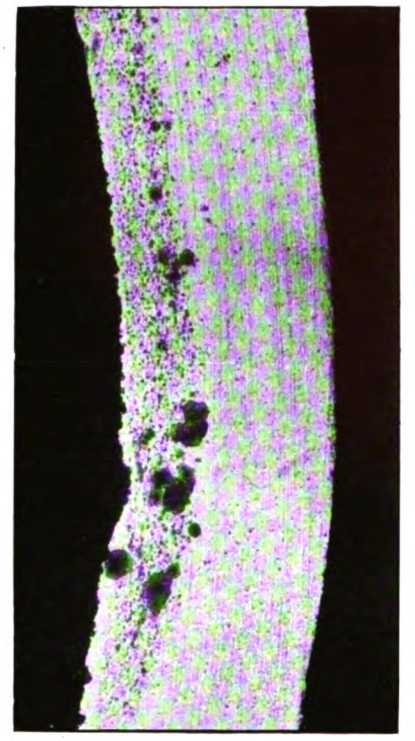


Abb. 19. Durch Schwefelsäure zersetztes Gußeisen.

Wir sahen, daß die durch verschiedene Abkühlung bedingten Abmessungen der Graphitblätter ein Gußeisen bei sonst gleicher chemischer Zusammensetzung bei feiner Graphitverteilung zu einem hochwertigen und bei grober Graphitausbildung zu einem durchaus minderwertigen Werkstoff stempeln können. Wir sahen, daß Versuche, durch Legierungszusätze eine wesentliche Qualitätssteigerung zu erzielen, immer nur einen Sinn haben unter gleichzeitiger Berücksichtigung ihres Einflusses auf die Graphitausscheidung.

Wir sahen ferner, daß auch der Einfluß erhöhter Temperaturen in erster Linie mit Rücksicht auf die nachträgliche Graphitausscheidung für die Technik von Bedeutung ist und daß schließlich der Graphit sogar auf die Korrosionsbeständigkeit des Gußeisens maßgebenden Einfluß ausübt.

Wir können daher den Satz aufstellen:

Die Beherrschung und Regelung der Eigenschaften des grauen Gußeisens steht und fällt mit der Beherrschung und Regelung der Graphitausscheidung während und nach der Erstarrung.

Digitized by Google

Flußstähle mit geringer Alterungseigenschaft.

Von O. Bauer[1].

Die Anforderungen, die der Großbetrieb an die Hochleistungskessel stellt, sind in den letzten Jahrzehnten sprunghaft gestiegen. Das beste Material ist gerade noch gut genug, um die Anforderungen zu erfüllen. Unsere Kesselblech erzeugende Großeisenindustrie trägt diesem Umstand, soweit es sich um die Erzeugung und Lieferung eines Materials mit guten Festigkeitseigenschaften handelt, weitgehend Rechnung. Soweit mir bekannt, mußten nur ganz vereinzelt in den letzten Jahren Kesselbleche wegen ungünstiger Festigkeitseigenschaften bei

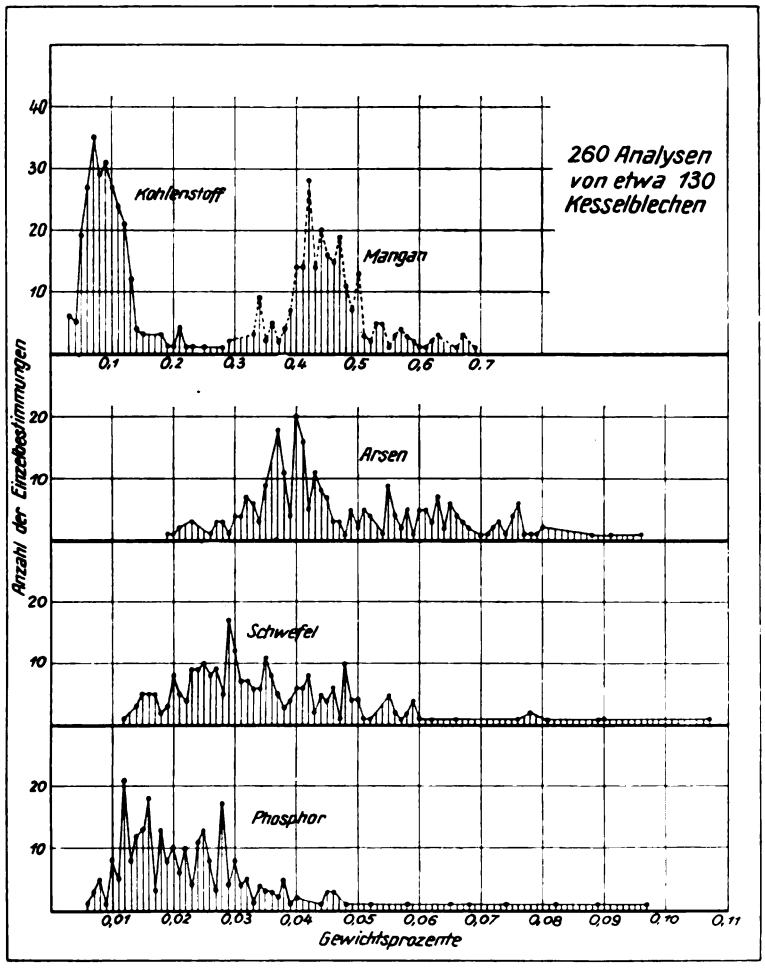


Abb. 1.

der Abnahme zurückgewiesen werden. Weder die „Werkstoffvorschriften für Landdampfkessel" des Deutschen Dampfkessel-Ausschusses noch die „Richtlinien für die Anforderungen an den Werkstoff und Bau von Hochleistungsdampfkesseln" der Vereinigung der Großkesselbesitzer schreiben jedoch Angaben über die chemische Zusammensetzung des Werkstoffes vor. Es schien erwünscht, auch über die durchschnittliche chemische Zusammensetzung der Kesselbleche Material zu sammeln. Auf meine Anregung hin entschloß sich im Jahre 1925 die Vereinigung der Großkesselbesitzer gemeinsam mit dem Wasserrohrkesselverband, von den ihnen nahestehenden Kesselbaufirmen Analysenproben von den neu bestellten Blechen einzufordern. Die Späne wurden im Staatl. Materialprüfungsamt chemisch untersucht. Bis Ende Juli d. J. waren 260 Analysenproben eingegangen; da in der Regel (jedoch nicht immer) je eine Probe vom Kopf und eine vom Fuß der Bleche entnommen war, so entsprechen die 260 Analysen etwa 130 Blechen.

Diese Zahl ist gegenüber der großen Zahl der zu Dampfkesseln verarbeiteten Bleche gewiß nur sehr gering[1], die Analysen geben aber schon heute einen Überblick über den Reinheitsgrad einer Anzahl tatsächlich zum Bau von Dampfkesseln verwendeter Bleche.

In Abb. 1 habe ich die Analysenergebnisse nach Art der Großzahlforschung graphisch aufgetragen:

Aus Abb. 1 ergibt sich folgendes:

1. Die Kohlenstoffgehalte der untersuchten 130 Bleche liegen in der Hauptsache zwischen 0,05 und 0,13% C, in der Mehrzahl jedoch noch unter 0,1%, es handelt sich also in der Hauptsache um weiche Bleche, nur vereinzelt sind auch härtere Bleche bis höchstens 0,28% C zur Verwendung gekommen.

2. Die Mangangehalte liegen wie üblich zwischen 0,4 und 0,5% Mn. Vereinzelt finden sich auch Bleche mit geringeren und mit höheren Mangangehalten.

3. Die Phosphorgehalte sind in der bei weitem überwiegenden Mehrzahl als sehr niedrig zu bezeichnen, sie liegen in der Hauptsache zwischen 0,012 und 0,028% P. Einige Bleche hatten sogar weniger als 0,01% P. Höhere Gehalte als 0,05 stellen nur vereinzelte Ausnahmen dar; immerhin ist es wünschenswert, daß auch solche Ausnahmen allmählich völlig verschwinden, ist doch der Phosphor der gefährlichste und damit auch am wenigsten erwünschte Begleiter des Flußstahls.

4. Die Schwefelgehalte liegen im allgemeinen etwas über den Phosphorgehalten. Die Mehrzahl der Bleche weist Schwefelgehalte auf, die zwischen 0,02 und 0,048 liegen. Einige Bleche haben auch weniger als 0,02 und einige etwas höhere Gehalte als 0,05. Auch hier treten vereinzelte Ausnahmen mit hohen Schwefelgehalten auf.

5. Wir haben bei diesen Untersuchungen auch die Arsengehalte mitbestimmt, obgleich man im allgemeinen in der Praxis Arsenbestimmungen im Flußeisen und Flußstahl nicht auszuführen pflegt. Es hat sich gezeigt, daß Arsen genau wie Phosphor und Schwefel der ständige Begleiter eines jeden Flußstahles ist. Die größere An-

[1] Original: Mitt. d. Vereinigung der Großkesselbesitzer E. V. Nr. 15, 20. Nov. 1927. Als Vortrag gehalten auf der 16. ordentlichen Mitgliederversammlung der Vereinigung am 7. Sept. 1927 in Düsseldorf.

[1] Die Untersuchungen werden weitergeführt.

Digitized by Google

zahl der Bleche weist Arsengehalte auf, die zwischen 0,035 und 0,045% liegen, mehrfach finden sich auch Arsengehalte bis 0,065 und 0,076%, und schließlich treten noch ganz vereinzelt einige Proben mit recht hohen Gehalten auf.

Der mittlere Arsengehalt liegt hiernach bei den untersuchten Proben im allgemeinen höher als der mittlere Schwefel- und vor allem als der mittlere Phosphorgehalt. Ein Zusammenhang zwischen den Arsengehalten und den Phosphor- oder Schwefelgehalten besteht nicht. Proben mit sehr niedrigen Phosphor- oder Schwefelgehalten wiesen mitunter reichliche Arsengehalte und umgekehrt auf.

Ich habe für die zahlenmäßige Bewertung der Höhe des Arsengehaltes den gleichen Maßstab wie für Phosphor und Schwefel angelegt; ob dieses berechtigt ist oder nicht, steht noch keineswegs fest, wissen wir doch über die Wirkung eines betsimmten Arsengehaltes auf die Eigenschaften des Eisens nur sehr wenig. Der Altmeister der Eisenhüttenkunde Ledebur sagt, „da ein Arsengehalt von mehr als 0,1% nur selten vorkommt, besitzt der Einfluß des Arsens auf die Festigkeitseigenschaften nur beschränkte Bedeutung". Mars bringt in seinem Werk die „Spezialstähle" nur einige kurze Angaben über hohe Arsengehalte. Zum Schluß schreibt er (nach Arbeiten von Liedgens), „daß Arsen zwar nicht mehr als gefährlicher Begleiter des Flußeisens, wofür er bisher galt, erscheine, daß aber andererseits die Anwendung des Arsens keine besonderen Vorteile biete und somit die Verwendung des Arsens zur Stahlherstellung als ausgeschlossen zu betrachten sei".

Oberhoffer schweigt sich in seinem Werk „Das technische Eisen" über die Wirkung eines Arsengehaltes ganz aus.

Systematische Untersuchungen fehlen völlig, namentlich wissen wir noch gar nichts darüber, ob Arsen, das von Eisen ähnlich wie Phosphor bis zu etwa 1,7% als Mischkristall aufgenommen wird, die schädliche Wirkung des Phosphors verstärkt oder vielleicht auch herabmindert.

Solange nicht der Beweis des Gegenteils erbracht ist, können wir nach obigen Ausführungen annehmen, daß Arsengehalte innerhalb der gefundenen Mengen auf die Festigkeitseigenschaften ohne besonderen Einfluß sind.

Ich habe bereits vor längerer Zeit in Ihrem Kreise angeregt, über den Einfluß des Arsens Untersuchungen anzustellen. Bisher sind die geplanten Untersuchungen an der Schwierigkeit, geeignetes Probenmaterial zu erhalten, gescheitert.

Für den Analytiker ist die Arsenfrage insofern von Wichtigkeit, als die Phosphorbestimmung, sofern das Arsen nicht vorher entfernt wird, etwas höhere Werte ergibt, da je nach dem Arbeitsverfahren mehr oder weniger Arsen als Phosphor mitbestimmt wird. Das Material erscheint also etwas phosphorreicher als es in Wirklichkeit ist.

Schließlich möchte ich noch bemerken, daß die Anwesenheit von Arsen nicht etwa eine besondere Eigentümlichkeit des deutschen Flußeisens oder Stahls ist, sondern daß Arsengehalte in der gleichen Größenordnung auch stets in den Kesselbaustoffen anderer Länder vorkommen. Bei amerikanischen Blechen fanden wir Arsengehalte zwischen 0,013 und 0,021%, bei englischen Blechen 0,036 und 0,054%.

Zusammenfassend kann man wohl sagen, daß das Ergebnis der chemischen Untersuchung der 130 Kesselbleche bezüglich des Phosphor- und Schwefelgehaltes mit einigen wenigen Ausnahmen als befriedigend anzusehen ist; hinsichtlich des Arsengehaltes wäre es jedoch wünschenswert, durch systematische Untersuchungen auch hier völlige Klarheit zu schaffen.

Trotz der sorgfältigen Herstellung und der scharfen Auswahl bei der Abnahme des für den Kesselbau verwendeten Materials und trotz sorgfältigster Herstellung des Kessels selbst treten doch gelegentlich immer wieder nicht nur bei uns, sondern überall in der Welt, wo Dampfkessel stehen, Schäden auf. Ein charakteristisches Kennzeichen solcher Schäden ist die Bildung radial zum Nietloch verlaufender feiner Haarrisse, die unter den Beanspruchungen des Betriebes immer tiefer in das Blech eindringen, von Nietloch zu Nietloch überspringen und schließlich, wenn sie nicht rechtzeitig bemerkt werden, zu einer Kesselexplosion führen können. Diese Rißbildungen hängen, wie durch zahlreiche Untersuchungen von Baumann, Goerens, Bauer, Straus, Fry u. a. nachgewiesen ist, ursächlich mit einer vorausgegangenen, bei der Kesselherstellung vielfach nur schwer zu vermeidenden örtlichen Kaltreckung zusammen. Über alle diese Fragen ist in Ihren Kreisen schon sehr eingehend gearbeitet und gesprochen worden, ich weise hier nur kurz auf die Arbeiten von Baumann über die schädliche Wirkung zu hohen Nietdruckes beim Nieten hin.

Unser übliches normales Kesselblechmaterial ist eben empfindlich gegen Kaltreckung oder Kaltstauchung, wenngleich schon von verschiedener Seite darauf hingewiesen wurde, daß nicht alle Materialien den gleichen Grad der Empfindlichkeit aufweisen.

Zu dieser Empfindlichkeit an sich, die in erhöhter Sprödigkeit zum Ausdruck kommt, treten noch die Alterungserscheinungen, die sich darin äußern, daß die durch Kaltreckung oder Quetschung bedingte Steigerung der Sprödigkeit nicht unmittelbar nach erfolgter Kaltreckung ihren Höchstwert erreicht, sondern erst nach einer gewissen Zeit. Die Alterungsgrenze (der Höchstwert der Sprödigkeit) wird bei Zimmertemperatur je nach der Art des Materials etwa nach einem Jahr oder nach noch längerer Zeit erreicht, wesentlich schneller (in 1 bis 2 Stunden) durch Anlassen bei niedrigen Wärmegraden.

Der Nachweis der durch Kaltreckung und Alterung erzielten Verschlechterung der Materialeigenschaften geschieht am besten mittels des Kerbschlagversuches, und zwar mit Rücksicht auf die vielfach nur örtlich auftretende Materialverschlechterung, z. B. in der Umgebung der Nietköpfe, unter Verwendung kleiner Probestäbe und eines 10 mkg Pendelschlagwerkes. Die Abmessungen solcher Kerbschlagproben zeigt Abb. 2.

Ein typisches Beispiel für die Verschlechterung der Materialeigenschaften durch Quetschung infolge zu hohen Nietdruckes und fehlerhaften Verstemmens ist das

Digitized by Google

folgende[1]: Eine Schiffskesselplatte von einem seit 1891 im Betrieb befindlichen Schiffskessel war im Februar 1917 bei der Wasserdruckprobe (8 Atm. Druck) über

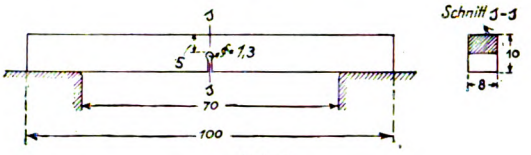


Abb. 2.

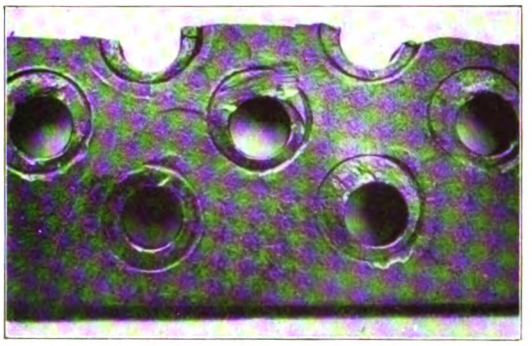
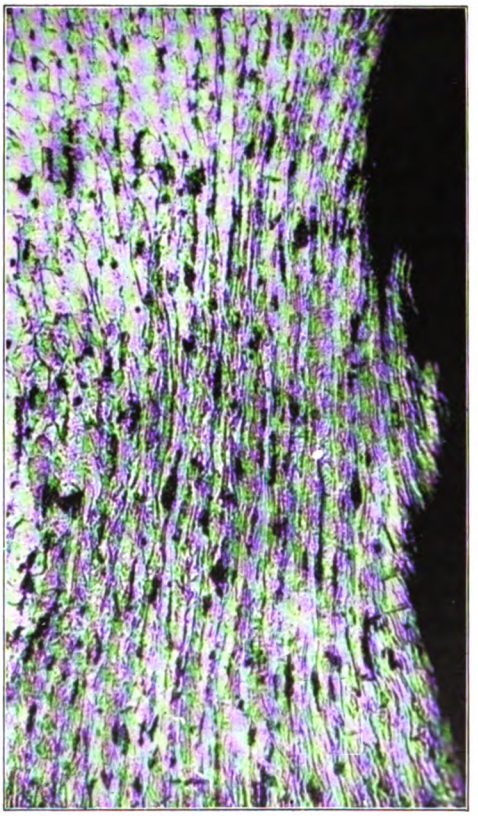


Abb. 3. Gerissene Schiffskesselplatte.

den größeren Teil der äußeren Nietlochreihe aufgerissen. Abb. 3 zeigt einen Ausschnitt aus dem Blech. Rings um die Nietlöcher finden sich Druckstellen, die teilweise bis zu 2 mm tief gehen. Abb. 4 zeigt das Kleingefüge



$v = 200$

Abb. 4. Verquetschtes Gefüge unter einem Nietkopf.

unter einer Druckstelle. Das Bild läßt starke Kaltreckung erkennen. Abb. 5 ist an einer Stemmrille auf-

[1] O. Bauer: Untersuchung einer gerissenen Schiffskesselplatte, Fehlerhaftes Verstemmen der Nieten. Mitt. a. d. Materialprüfungsamt 1917, H. 4 u. 5, S. 195.

genommen. Es sind förmliche Überlappungen eingetreten, die wie Kerbe wirken. Die Analyse hatte 0,097% Phosphor und 0,06% Schwefel bei 0,12% Kohlenstoff ergeben, es handelte sich demnach um ein verhältnismäßig minderwertiges Blech, wie es jetzt im Kesselbau nicht mehr Verwendung finden dürfte. Die Kerbzähigkeit war entsprechend dem hohen Phosphorgehalt an und für sich nicht hoch, sie betrug nur etwa 7 mkg/qcm. Bemerkenswert ist aber, daß die ungünstigen Materialeigenschaften beim Zugversuch nicht deutlich zum Ausdruck kamen. Die Zugfestigkeit betrug 42 kg/qmm bei immer noch 22,6% Dehnung.

Innerhalb der Nietlochreihen konnten Zugproben nicht entnommen werden; die Kerbschlagversuche er-

$v = 100$

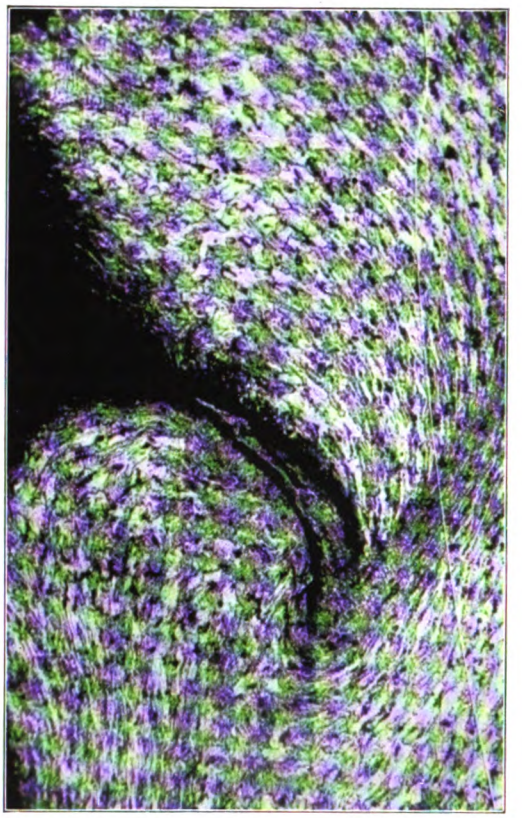


Abb. 5. Verquetschung unter einer Stemmrille.

gaben hier nur noch eine Schlagarbeit von 3 bis 3,6 mkg/qcm. Das Material war also durch die beim Nieten erfolgte Quetschung in hohem Maße spröde geworden.

Um nun jederzeit den Nachweis führen zu können, ob ein Material besonders empfindlich gegenüber örtlicher Kaltreckung oder Quetschung ist und bei welcher Anlaßtemperatur die „Alterungsgrenze", also das Höchstmaß der Sprödigkeit, erreicht wird, wurde folgendes Verfahren (nach O. Bauer) im Amt ausgearbeitet:

Aus dem zu prüfenden Blech usw. werden Probestreifen 8×12 mm Querschnitt entnommen und unter Verwendung eines besonderen Druckstückes nach Abb. 6 in der Mitte über eine Länge von etwa 33 mm um 2 mm zusammengedrückt. Nunmehr werden die Proben je 2 Stunden lang bei steigenden Temperaturen angelassen und darauf durch Abhobeln der überstehenden Teile (s. Abb. 7) auf den Querschnitt 10×8 mm gebracht. Nach

Digitized by Google

Herstellung des Kerbes können die Proben geschlagen werden.

Die ersten Versuche dieser Art wurden mit dem gleichen Schiffskesselblech ausgeführt, das ich vorhin erwähnt hatte. In Abb. 8 sind die Versuchsergebnisse graphisch aufgetragen.

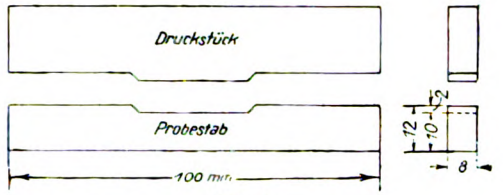


Abb. 6.

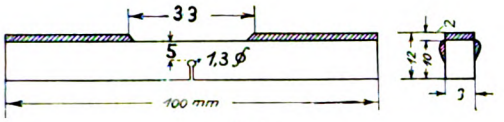


Abb. 7.

Wie Abb. 8 zeigt, ist durch das Zusammendrücken um etwa 2 mm (etwa der Tiefe der Stemmrillen in Abb. 3 entsprechend) die Kerbzähigkeit des Materials auf 1,8 mkg/qcm herabgedrückt worden. Durch Anlassen bei steigenden Wärmegraden wurde sie weiter erniedrigt

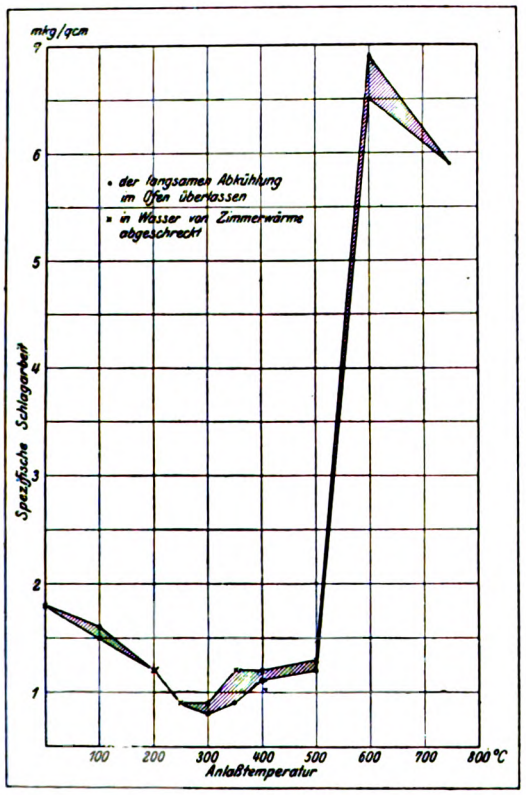


Abb. 8. Schiffskesselblech, nach Abb. 6 und 7 gequetscht und dann angelassen.

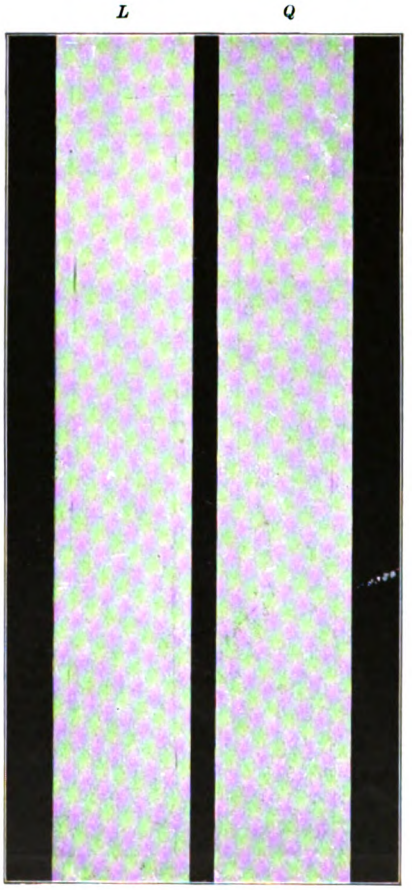
und erreichte bei Anlaßtemperaturen zwischen 250 und 300° den Niedrigstwert (0,8 bis 0,9 mkg/qcm). Das Material war also ganz außerordentlich spröde geworden. Bei höheren Anlaßgraden stieg die Kerbzähigkeit anfangs langsam und erreichte bei 600° Anlaßtemperatur sprunghaft wieder den Anfangswert. Das Material zeigte also die typischen Kennzeichen des Alterns. Da es sich bei diesen Versuchen um ein Material mit hohem Phosphorgehalt handelte, so habe ich in Gemeinschaft mit meinem Mitarbeiter Prof. Dr. Vollenbruck noch drei weitere Kesselbleche A, B und A 2 U normaler chemischer Zusammensetzung nach dem gleichen Verfahren untersucht. Die Bleche A und B waren den Beständen des Amtes entnommen, Blech A 2 U war uns von der Firma Krupp zur Verfügung gestellt. Die Blechdicken betrugen:

Blech A = 26 mm,
„ B = 14 mm,
„ A 2 U = 30 mm.

Die chemische Zusammensetzung dieser drei Bleche ist in Tabelle 1 mitgeteilt:

Tabelle 1.

	Blech A hartes Blech %	Blech B weiches Blech %	Blech A 2 U weiches Blech %
Kohlenstoff	0,28	0,02	0,07
Silizium	Spur	Spur	Spur
Mangan	0,50	0,39	0,35
Phosphor	0,019	0,026	0,009
Schwefel	0,041	0,031	0,014
Kupfer	0,13	0,09	0,14
Nickel	0,01	—	—
Chrom	0,03	—	—
Arsen	0,019	0,045	0,028



v = 1 (verkl.)

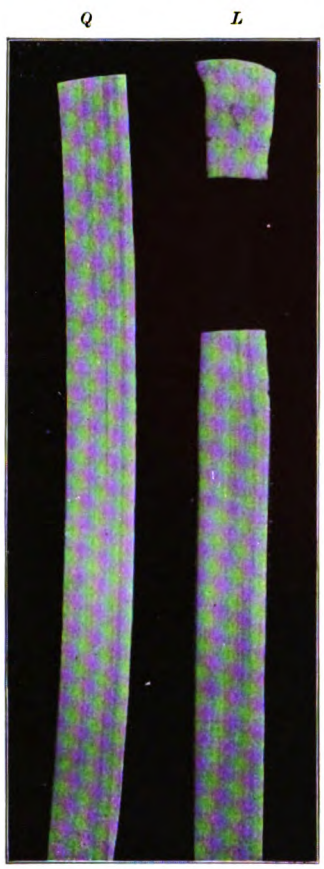
Abb. 9. Blech A. L = Längsschliff, Q = Querschliff.

Blech A ist hiernach ein „hartes Blech“ mit 0,28% Kohlenstoff. Die Bleche B und A 2 U sind weiche Bleche mit weniger als 0,1% Kohlenstoff. Bezüglich der sonstigen chemischen Zusammensetzung ist nichts zu be-

Digitized by Google

merken, insbesondere sind die Phosphorgehalte bei allen drei Blechen sehr niedrig.

Die Abb. 9, 10 und 11 zeigen Längs- und Querschliffe der drei Bleche nach Ätzung mit Kupferammoniumchlorid. Ausgesprochene Zonenbildung infolge Seigerung ist bei keinem Blech vorhanden. Alle drei Schliffe lassen jedoch schwache Streifenbildungen erkennen, die zum Teil mit schwachen örtlichen Seigerungen zusammenhängen, zum Teil auf Blasenbildungen im Gußblock hindeuten. Vom Blech A 2 U wurde parallel zur Blechoberfläche eine 7,5 mm dicke Schicht abgehobelt. Die auf diese Weise entstandene Fläche ist in Abb. 12 wiedergegeben. Das Bild läßt zahlreiche, durch das Abhobeln freigelegte Schlieren und zusammengepreßte Blasenhohlräume erkennen. Es handelt sich offenbar um ein sogenanntes „unruhiges" Material.



$v = 1$ (verkl.)

Abb. 10. Blech B. L = Längsschliff, Q = Querschliff.

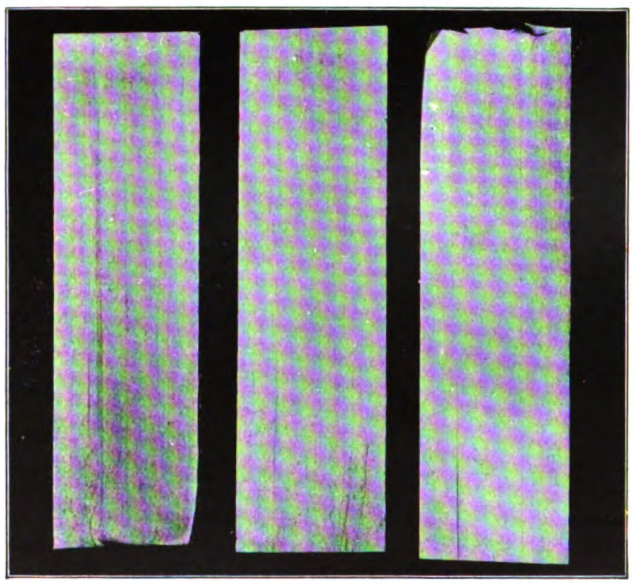


Abb. 11. Blech A 2 U. $v = 1$ (verkl.).

Zunächst wurden mit nicht gequetschten Proben Kerbschlagversuche im Zustand der Einlieferung ins Amt und nach dem Ausglühen ausgeführt.

In Tabelle 2 sind die Ergebnisse zusammengestellt.

Das harte Blech A weist recht niedrige, die weichen Bleche B und A 2 U (insbesondere in der Walzrichtung) hohe spezifische Schlagarbeiten auf[1]. Die Ergebnisse der Kerbschlagversuche mit gequetschten und bei verschiedenen Temperaturen angelassenen Probestäben sind in den Tabellen 3 und 4 zusammengestellt und in den Abb. 13 und 14 graphisch aufgetragen.

Aus den Abb. 13 und 14 geht folgendes hervor:

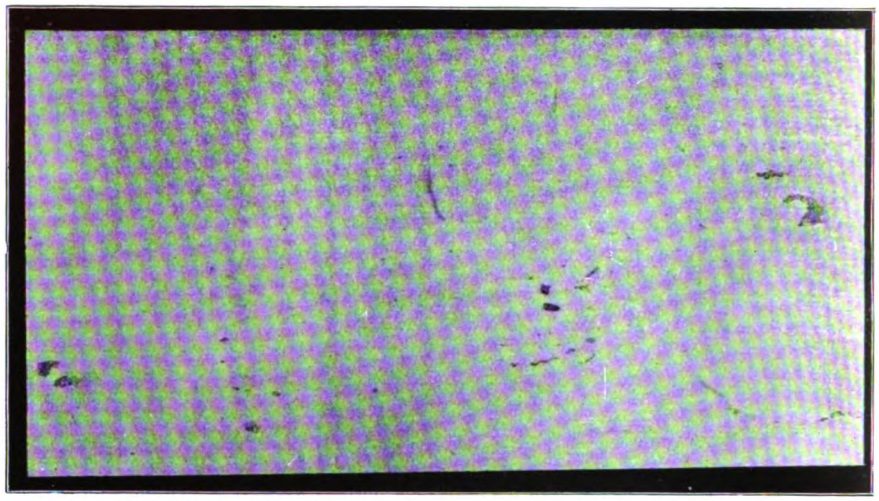


Abb. 12. Blech A 2 U; 7,5 mm von der Oberfläche abgehobelt. $v = 1$ (verkl.)

Durch das Quetschen wurde die Schlagarbeit bei Material A und B auf 1,6 bzw. 1,7 mkg/qcm, bei Material A 2 U auf 2 mkg/qcm heruntergedrückt. Nach dem Anlassen bei steigenden Temperaturen sank die Kerbzähigkeit weiter.

Der Tiefstwert wurde bei allen drei Blechen zwischen 250 bis 350° Anlaßtemperatur erreicht, von da ab stieg die Schlagfestigkeit zunächst nur ganz langsam an. Bei den Blechen A und B wurden bereits bei 600° Anlaßtemperatur gute Kerbzähigkeitswerte erzielt, bei Material A 2 U erst bei 650°[2].

Der Typus der Kurvenzüge ist genau der gleiche wie bei dem erst besprochenen Kesselblech mit hohem Phosphorgehalt (Abb. 8).

---

[1] Im Zusammenhang mit obigen Versuchen mag noch erwähnt werden, daß beim Ausglühen oberhalb der Umwandlungstemperaturen der Eisenkohlenstofflegierungen die Abkühlungsgeschwindigkeit der ausgeglühten Probestäbe von großem Einfluß auf ihre Kerbzähigkeit ist. Die höchste Kerbzähigkeit wird erreicht, wenn die Abkühlung an der Luft erfolgt; läßt man die Proben im Ofen langsam erkalten, so ergeben die meisten Materialien z. T. beträchtlich niedrigere Werte für die spezifische Schlagarbeit. Bei Glühungen unterhalb der Umwandlungstemperaturen ist die Abkühlungsgeschwindigkeit ohne deutlichen Einfluß auf die Kerbzähigkeit.

[2] Auch diese Versuche zeigen, daß sich nicht alle Materialien gleich verhalten.

Digitized by Google

Tabelle 2. Kerbschlagversuche mit den Blechen A, B und A 2 U.

Material	Zustand des Materials und Lage der Probestäbe im Blech	Spezifische Schlagarbeit mkg/qcm Mittel aus 3—4 Einzelbestimmungen
A 0,28 % C	½ Stunde bei 900° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt	
	in der Walzrichtung . . .	6,2
B 0,02 % C	½ Stunde bei 900° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt	
	in der Walzrichtung . . .	13,5
	quer zur Walzrichtung . .	10,9
A 2 U 0,07 % C	Anlieferungszustand	
	in der Walzrichtung . . .	13,7
	quer zur Walzrichtung . .	12,8
	½ Stunde bei 900° ausgeglüht und im Ofen der Abkühlung überlassen	
	in der Walzrichtung . . .	12,5
	quer zur Walzrichtung . .	11,5

Tabelle 3. Material A (hartes Blech) und Material B (weiches Blech). (Proben vor dem Quetschen ½ Stunde bei 900° ausgeglüht.) Siehe Abb. 13.

Material A Spezifische Schlagarbeit mkg/qcm (Mittelwerte aus je 3 Einzelbestimmungen)	Proben entnommen	Nach dem Quetschen 2 Stunden angelassen bei	Proben entnommen	Material B Spezifische Schlagarbeit mkg/qcm (Mittelwerte aus je 3 Einzelbestimmungen)
1,6	In der Walzrichtung	nicht angelassen	Quer zur Walzrichtung	1,7
1,4		100°		1,4
1,0		200°		1,1
0,9		250°		1,0
1,0		300°		0,9
1,1		350°		0,8
1,1		400°		1,1
1,5		500°		1,8
6,2		600°		7,2
6,0		750°		6,8
5,6		850°		5,2
5,7		900°		5,7
		600°	In der Walzrichtung	12,3
		750°		9,1
		850°		8,6
		900°		11,9

Alle untersuchten Materialien sind demnach in hohem Maße empfindlich gegen Kaltreckung (Quetschung). Die Alterungsgrenze (Mindestwert der Kerbzähigkeit) liegt je nach der Art des Materials zwischen 250 und 350° Anlaßhitze.

Die Erreichung der Alterungsgrenze ist jedoch nicht nur eine Funktion der Temperatur, sondern auch der Zeit, wie das folgende Beispiel sehr deutlich zeigt.

Aus einem Blechmaterial, das im ausgeglühten Zustand 12,2 mkg/qcm spezifische Schlagarbeit aufwies, wurden Probestäbe entnommen, wie oben beschrieben gequetscht und teils unmittelbar nach dem Quetschen, teils nach bestimmten Zeitabständen mittels des 10 mkg Pendelschlagwerkes geprüft. Endlich wurden noch einige Probestäbe, nachdem sie 360 Tage bei Zimmerwärme gelagert hatten, 2 Stunden bei 250° angelassen und darauf geprüft. Dieser letzte Versuch sollte zeigen, ob eine 360tägige Lagerung bei Zimmerwärme ausgereicht hätte, um die Alterungsgrenze zu erreichen. In Tabelle 5 sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt[1].

Tabelle 4. Material A 2 U. (Proben vor dem Quetschen ½ Stunde bei 900° ausgeglüht.) Siehe Abb. 14.

Spezifische Schlagarbeit mkg/qcm (Mittelwerte aus 2 bis 4 Einzelbestimmungen)	Probe entnommen	Nach dem Quetschen 2 Stunden angelassen bei	Probe entnommen	Spezifische Schlagarbeit mkg/qcm (Mittelwerte aus 2 bis 4 Einzelbestimmungen)
2,0	In der Walzrichtung	nicht angelassen	Quer zur Walzrichtung	2,0
1,7		50°		2,1
1,8		100°		1,8
1,7		150°		1,6
1,5		200°		1,5
1,4		250°		1,4
1,5		300°		1,5
1,6		350°		1,5
1,8		400°		1,6
1,9		450°		1,7
2,0		500°		2,1
2,1		550°		2,2
2,2		600°		2,2
13,0		650°		12,1
13,5		700°		12,6
12,5		750°		11,3
11,0		800°		10,1
10,5		850°		9,8
13,7		900°		13,4

Die Zahlenangaben in Tabelle 5 sind Mittelwerte aus je 5 bis 6 Einzelwerten.

Tabelle 5. Ergebnisse der Kerbschlagversuche mit gequetschten Probestäben nach verschieden langer Lagerzeit.

Gequetscht und	Spezifische Schlagarbeit mkg/qcm
am gleichen Tage geprüft	6,3
1 Tag bei Zimmerwärme gelagert	4,7
7 Tage „ „ „	4,4
30 Tage „ „ „	4,3
90 Tage „ „ „	3,5
180 Tage „ „ „	3,3
360 Tage „ „ „	3,2
360 Tage „ „ „ und darauf 2 Stunden bei 250° angelassen	2,0

Unmittelbar nach dem Quetschen fiel bei diesem Material die Schlagarbeit von 12,2 zunächst nur auf 6,3. Jedoch schon am nächsten Tage war der Abfall erheblich stärker. Mit der Zeit sank die Schlagarbeit immer weiter und erreichte nach 360 Tagen den Wert von 3,2 mkg/qcm. Die „Alterungsgrenze" war jedoch immer noch nicht erreicht, wie die weitere Herabminderung der Kerbzähigkeit nach dem Anlassen bei 250° zeigte. Der jetzt gefundene Mindestwert von 2 mkg/qcm dürfte für dieses Material als der „Alterungsgrenzwert" anzusehen sein.

Anläßlich Ihrer Tagung in Hannover[2] hatte ich ferner gezeigt, daß schon das Kaltbiegen der Kesselschüsse je nach dem Biegungsradius und der Blechdicke eine deutliche Verschlechterung der Materialeigenschaften be-

[1] O. Bauer: Beitrag zur Kenntnis des „Alterns" kaltgereckten Eisens. Mitt. d. Materialprüfungsamtes 1921, H. 3 u. 4, S. 251.

[2] Am 9. Mai 1922.

Digitized by Google

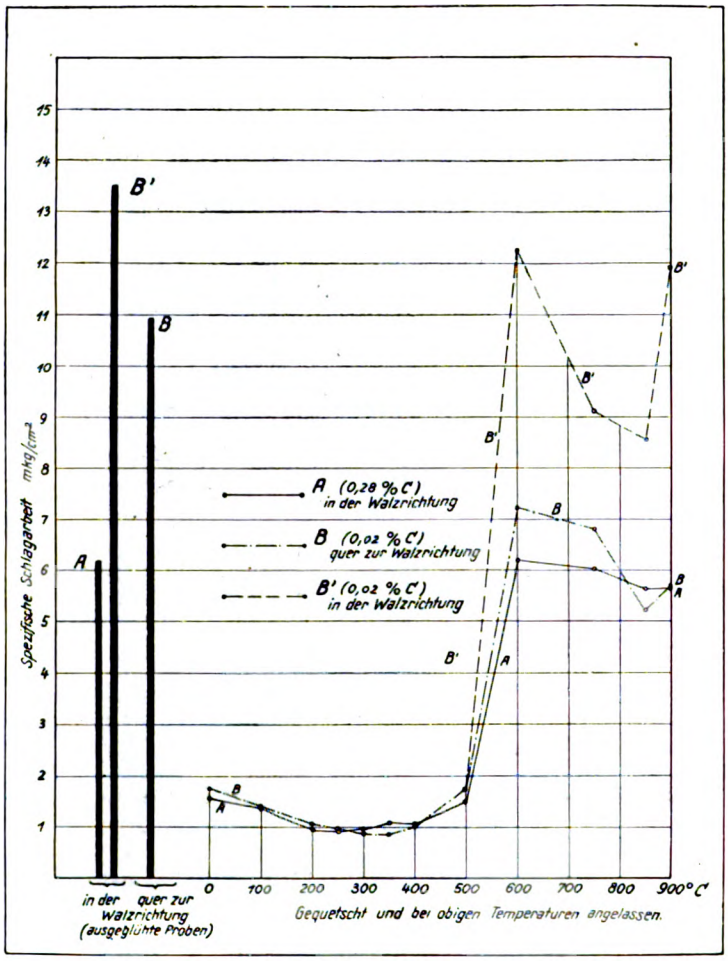


Abb. 13. Blech A und B. Kerbzähigkeiten nach Quetschung und nach dem Anlassen bei verschiedenen Temperaturen.

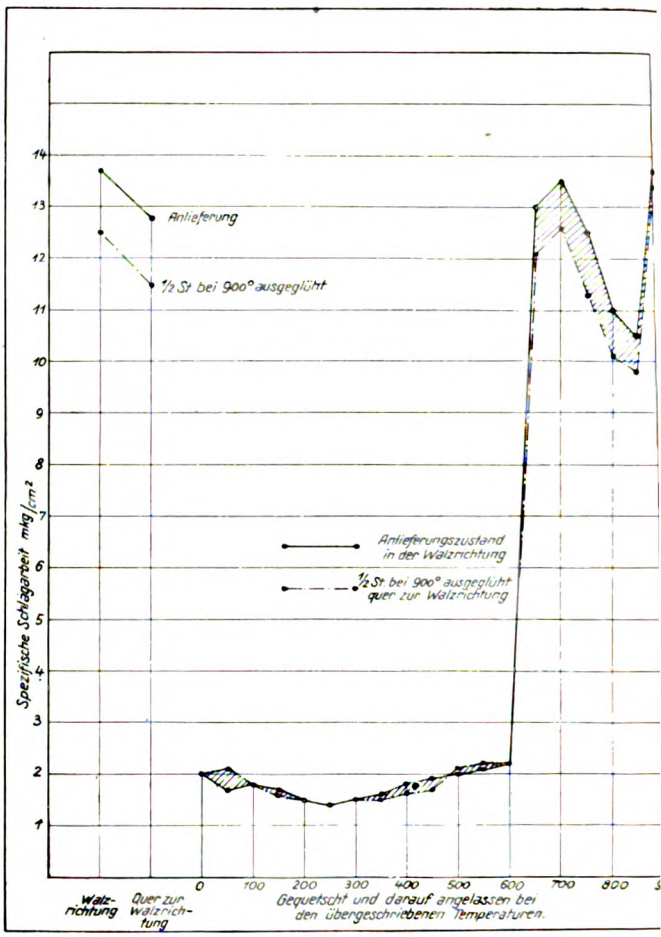


Abb. 14. Blech A 2 U. Kerbzähigkeiten nach Quetschung und nach dem Anlassen bei verschiedenen Temperaturen.

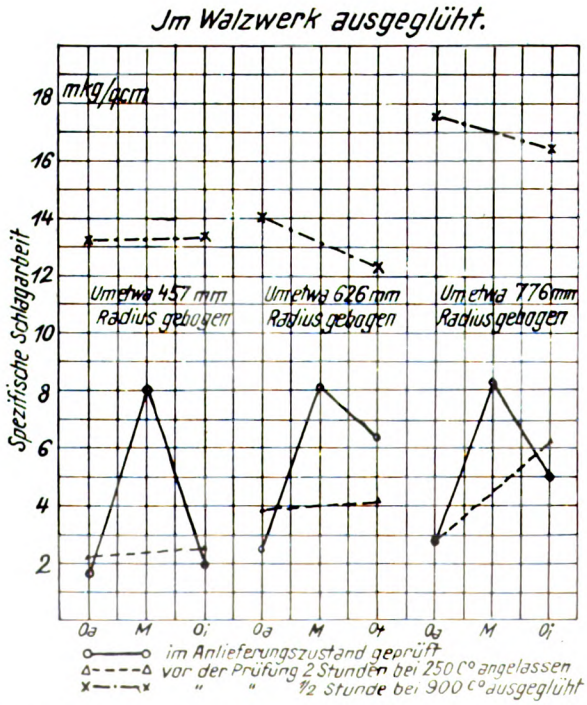


Abb. 15. Zusammenhang zwischen Biegungsradius und Kerbzähigkeit.

dingen kann. Der metallographische Nachweis so geringer Kaltreckungen, wie sie beim Biegen entstehen, ist nicht ohne weiteres möglich; eine sehr gute Handhabe bietet hierzu das Ihnen bekannte Frysche Ätzverfahren.

Die Verschlechterung der Materialeigenschaften kommt jedoch deutlich in der Erniedrigung der Schlagfestigkeit zum Ausdruck, wie Abb. 15 zeigt. Es handelt sich hier um ganz normale Kesselbleche, die im Walzwerk wie üblich geglüht und dann in der Kesselschmiede in üblicher Weise zu Kesselschüssen, jedoch um verschiedene Radien, gebogen waren. Die spez. Schlagarbeit war durch das Biegen um einen Radius von 457 mm in der äußeren (*Oa*) und inneren (*Oi*) Zone unter 2 mkg/qcm heruntergedrückt worden, während sie in der mittleren neutralen Zone (*M*) etwa 8 mkg/qcm betrug. Bei den größeren Biegungsradien 626 und 776 mm war der Abfall in den Zonen *Oa* und *Oi* immer noch sehr groß, jedoch zeigte sich bereits eine deutliche Neigung zum schwachen Ansteigen.

Im ausgeglühten Zustand wiesen die Bleche hohe Schlagarbeiten auf.

Der Stand unserer Erkenntnis in Fragen der Kesselbaustoffe war kurz zusammengefaßt bislang der, daß wir selbst bei Verwendung völlig einwandfreien Materials und bei sorgfältigster Herstellung des Kessels immer mit der Möglichkeit einer Materialverschlechterung durch Kaltreckung zu rechnen hatten, die teils ungewollt beim Nieten und Verstemmen, teils sogar ganz bewußt beim Kaltbiegen der Schüsse eintreten konnte. Unser üblicher Kesselbaustoff, der weiche wie auch der härtere Flußstahl, war eben empfindlich gegen Kaltreckung und Alterung. Mit dieser

Digitized by Google

Tatsache hatte man sich, so gut es eben ging, abzufinden.

Da berichtete Prof. Baumann am 7. IX. 1926 auf der Tagung des Allgemeinen Verbandes der Deutschen Dampfkesselüberwachungsvereine in Zürich über Versuche mit einem neuen von Krupp hergestellten Sonderflußeisen, das nahezu unempfindlich gegen Kaltreckung und Alterung sei. Der Bericht von Baumann wurde durch den Vortrag von Fry anläßlich Ihrer Tagung in Kassel am 17. IX. 1926 bestätigt und ergänzt. In Abb. 16 gebe ich nochmals die Baumannschen Versuchsergebnisse wieder. Sie sind mit Probestäben von 15 bzw. 30 mm Stabbreite, die vorher auf der Zerreißmaschine um 5 bis zu 20% vorgereckt und zum Teil

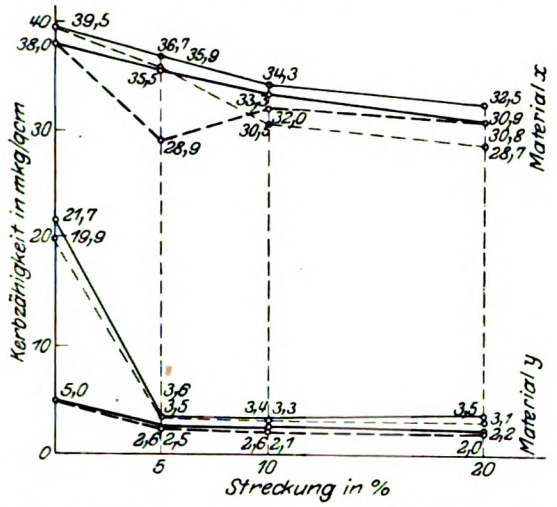


Abb. 16. Kerbzähigkeit von gerecktem normalen Flußeisen (y) und Kruppschem Sonderflußeisen (x), nach R. Baumann.

auch gealtert waren, erzielt. Der Unterschied in dem Verhalten des neuen Materials x im Vergleich zu dem gewöhnlichen Flußeisen y ist nach diesen Versuchen in der Tat gewaltig.

Die Veröffentlichung dieser Kurven wirkte in den Kreisen der Hersteller und Verbraucher von Dampfkesseln wie eine Bombe. Die größten Hoffnungen knüpften sich daran; ja es wurden sogar Stimmen laut, die der Meinung Ausdruck gaben, man brauche jetzt bei der Herstellung der Kessel gar keine besondere Vorsicht mehr walten zu lassen, man könne den Nietdruck wieder so hoch nehmen, wie man wollte, das Verstemmen brauche auch nicht mehr mit so großer Sorgfalt ausgeführt zu werden, man habe ja jetzt einen Kesselbaustoff, der völlig unempfindlich gegen die schädigende Wirkung des Kaltreckens und der Alterung kaltgereckten Materials sei.

Vor solchen übertriebenen Hoffnungen kann nicht scharf genug gewarnt werden. Es wäre ein großer Rückschritt, wollte man jetzt auf Grund der Verwendung sog. „alterungsbeständigen" Materials bei der Herstellung der Dampfkessel weniger Sorgfalt walten lassen als bisher.

Ich erwähnte bereits kurz, daß die von Baumann und Fry mitgeteilten Versuchsergebnisse mit in der Zugmaschine vorgereckten Probestäben erzielt waren. Das bereits beschriebene Verfahren mit gequetschten Proben (nach O. Bauer) stellt eine erheblich schärfere Prüfung dar, die sich zudem, wenigstens soweit es sich sich um die Beanspruchung der Kesselbleche beim Nieten und Verstemmen handelt, den in der Praxis vorkommenden Verhältnissen besser anpaßt als die Vorreckung in der Zerreißmaschine.

Es ist das Verdienst der Firma Krupp, daß sie sich mit diesen ersten, so günstig ausgefallenen Versuchsergebnissen nach Baumann nicht zufrieden gab, sondern bereitwilligst Material zur weiteren Prüfung auf Herz und Nieren zur Verfügung stellte.

Gestatten Sie mir nun über die Prüfung des Kruppschen alterungsbeständigen Izett-I-Materials nach meinem Verfahren (Quetschprobe) zu berichten[1]:

Zur Verfügung stand ein Kesselblech von 30 mm Wandstärke. Die chemische Zusammensetzung ließ, wie Tabelle 6 zeigt, nichts Auffallendes erkennen:

Tabelle 6. Chemische Zusammensetzung von Izett-I Material.

Kohlenstoff	0,13 %
Silizium	0,02 %
Mangan	0,58 %
Phosphor	0,012%
Schwefel	0,015%
Kupfer	0,19 %
Arsen	0,035%

Zunächst wurde das Material metallographisch untersucht. Abb. 17 zeigt einige Querschliffe nach Ätzung mit Kupferammoniumchlorid. Das Material ist völlig frei von Seigerungsstreifen. Abb. 18 zeigt ein Blechstück nach dem Abhobeln einer 7,5 mm dicken Oberflächenschicht.

Die Fläche erscheint völlig glatt ohne Schlierenbildungen und Gasblasen. Das Kleingefüge zeigt den

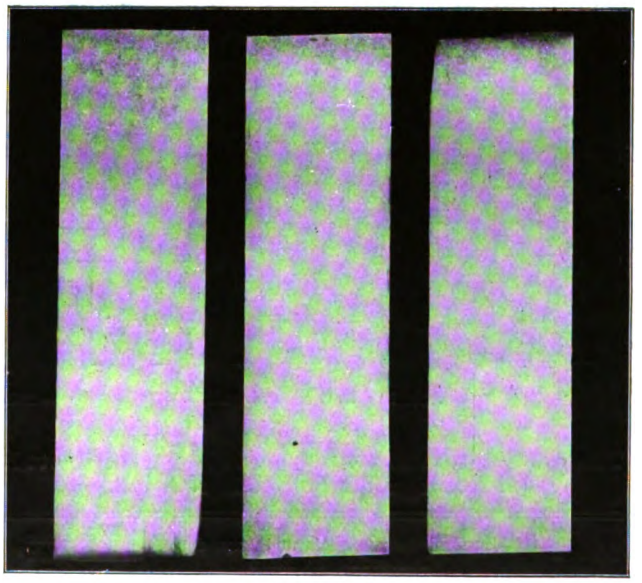


Abb. 17. Querschliffe aus Blech Izett-I. $v = 1$ (verkl.).

üblichen Aufbau kohlenstoffarmen Flußeisens. Es besteht aus Ferrit und wenig Perlit (s. Abb. 19 $v = 200$). Irgendeine besondere Wärmebehandlung (z. B. Vergüten usw.) hat, dem Gefüge nach, nicht stattgefunden.

[1] Bei der Durchführung dieser Versuche wurde ich in dankenswerter Weise von Herrn Ing. H. Ratti unterstützt.

Digitized by Google

Kerbschlagversuche im Zustand der Einlieferung ins Amt und nach $^1/_2$stündigem Ausglühen bei 900° ergaben, wie Tabelle 7 zeigt, sehr gute Ergebnisse.

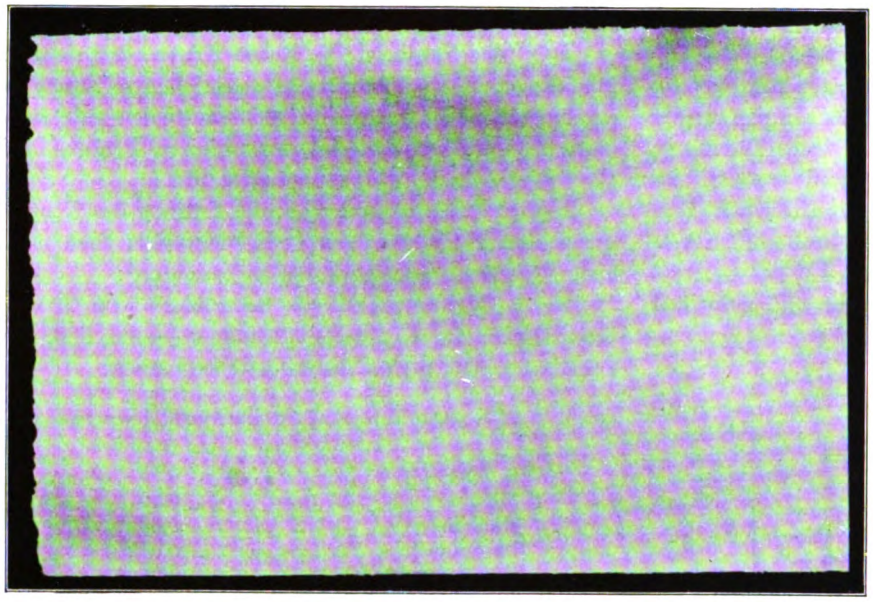


Abb. 18. Izett I. 7,5 mm von der Blechoberfläche abgehobelt. $v = 1$ (verkl.).

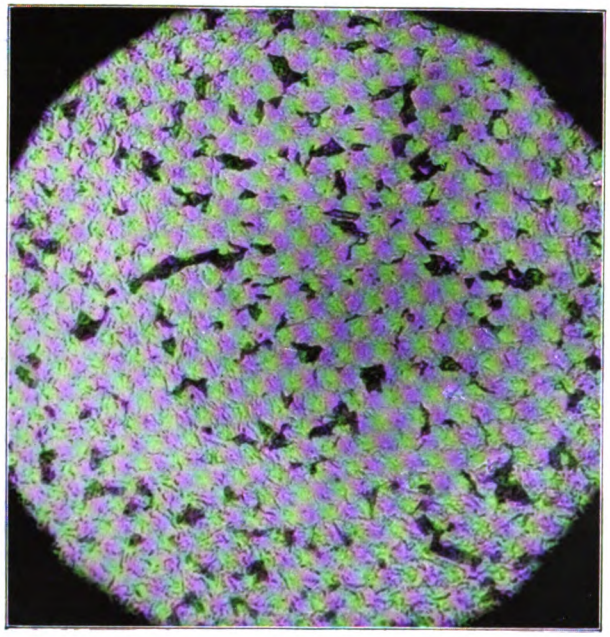


Abb. 19. Izett I. Kleingefüge. $v = 200$.

Tabelle 7. Kerbschlagversuche mit Material Izett I. (Abmessungen der Probestäbe s. Abb. 2.)

Material	Zustand des Materials und Lage der Probestäbe im Blech	Spezifische Schlagarbeit[1] mkg/qcm
Izett I	Anlieferungszustand	
	in der Walzrichtung	14,6
	quer zur Walzrichtung	13,4
	$^1/_2$ Stunde bei 900° ausgeglüht und im Ofen der Abkühlung überlassen	
	in der Walzrichtung	15,2
	quer zur Walzrichtung	12,7

[1] Mittelwerte aus 2 bis 4 Einzelwerten.

Die in der Walzrichtung entnommenen Probestäbe weisen nach Tabelle 7 etwas höhere Werte für die spez. Schlagarbeit auf als die in der Querrichtung entnommenen.

Die Prüfung des Materials mittels der Quetschprobe mit nachfolgender Alterung geschah in der gleichen Weise wie bereits beschrieben.

Es wurden drei Versuchsreihen ausgeführt:

1. Die in der Walzrichtung entnommenen Proben wurden im Zustand der Einlieferung ins Amt gequetscht und angelassen.

2. Die in der Walzrichtung entnommenen Proben wurden vorher $^1/_2$ Stunde bei 900° ausgeglüht und im Ofen erkalten gelassen, darauf gequetscht und angelassen.

3. Die quer zur Walzrichtung entnommenen Proben wurden wie unter 2. beschrieben behandelt.

In Tabelle 8 sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt. Die letzte Spalte gibt das Gesamtmittel aus allen drei Materialzuständen (Spalte 1, 2 und 3).

Tabelle 8. Material Izett I. (Probeabmessungen s. Abb. 7.)

Nach dem Quetschen 2 Stunden angelassen bei	1 Proben in der Walzrichtung entnommen und im Zustande der Einlieferung ins Amt, gequetscht und angelassen. Spez. Schlagarbeit[1] mkg/qcm	2 Proben in der Walzrichtung entnommen, $^1/_2$ St. bei 900° ausgeglüht und im Ofen abgekühlt, darauf gequetscht und angelassen. Spez. Schlagarbeit[1] mkg/qcm	3 Proben quer zur Walzrichtung entnommen, $^1/_2$ St. bei 900° ausgeglüht, im Ofen abgekühlt, darauf gequetscht und angelassen. Spez. Schlagarbeit[1] mkg/qcm	Gesamtmittel aus 1, 2 und 3
nicht angelassen	10,9	6,7	6,9	8.2
50°	10,2	6,8	6,9	8,0
100°	10,2	6,3	7,1	7,9
150°	7,6	7,9	6,2	7,2
200°	6,9	4,6	6,2	5,9
250°	4,4	3,3	3,7	3,8
300°	4,4	5,4	3,7	4,5
350°	6,5	4,3	4,1	5,0
400°	7,7	6,8	5,5	6,7
450°	8,0	7,9	7,1	7,7
500°	9,5	8,9	7,7	8,7
550°	12,0	9,5	7,9	9,8
600°	13,2	13,5	12,8	13,2
650°	14,2	13,4	13,7	13,8
700°	14,0	14,7	14,2	14,3
750°	11,3	12,1	10,5	11,3
800°	13,5	12,0	10,4	12,0
850°	13,7	14,7	12,4	13,6
900°	13,3	14,2	13,2	13,6

In Abb. 20 sind Werte aus den Spalten 1, 2 und 3 der Tabelle 8, sowie die Werte aus Tabelle 7 graphisch aufgetragen. Aus Abb. 20 geht folgendes hervor: Die im Anlieferungszustand gequetschten Proben weisen fast durchweg höhere Werte für die spezifische Schlagarbeit auf als die vor dem Quetschen bei 900° ausgeglühten

[1] Mittelwerte aus 2 bis 4 Einzelwerten.

Digitized by Google

Proben. Der Unterschied ist bei den ungequetschten und bei den bei 100° angelassenen Proben am größten, von 150° Anlaßhitze an ist er nur noch unerheblich.

Mit steigender Anlaßhitze tritt auch hier eine gewisse Alterung ein, die sich durch Absinken der Kerbzähigkeit bemerkbar macht. Bei 250 bis 300° ist das Minimum erreicht, es liegt zwischen 3,3 und 4,4 mkg/qcm, während die Mindestwerte bei den Vergleichsmaterialien A, B und A2U zwischen 0,8 und 1,4 mkg/qcm lagen. Bereits bei 400° Anlaßhitze weist das Izett-Material eine deutliche Steigerung der Kerbzähigkeit auf; sie steigt von hier ab nahezu gradlinig an und erreicht bei 650 bis 700° Glühtemperatur wieder den Höchstwert.

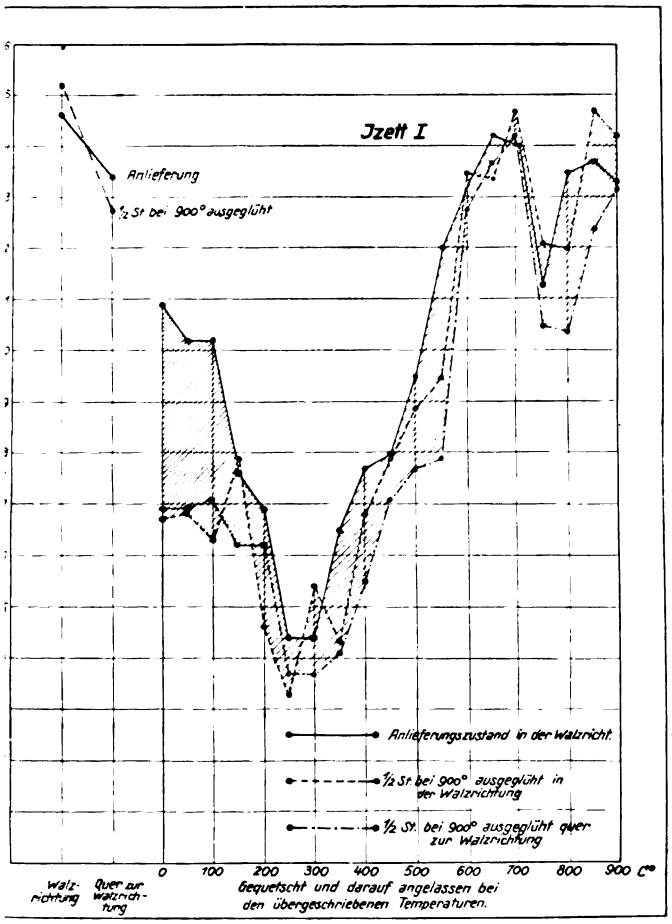


Abb. 20. Kerbzähigkeiten von Izett I.

Zwischen 750 und 800° beim Izett-Material und 850° beim A2U-Material nimmt die Kerbzähigkeit erneut etwas ab. Dieser Abfall hat nichts mit der Alterungsbeständigkeit zu tun. Es tritt hier als Begleiterscheinung der Rekristallisation eine Kornvergröberung ein, wodurch die Kerbzähigkeit Einbuße erleidet. Nach dem Ausglühen bei 900° wird die ursprünglich hohe Kerbzähigkeit wieder erreicht.

Anschließend an diese Untersuchungen mit Kesselblechen möchte ich nicht unerwähnt lassen, daß an-

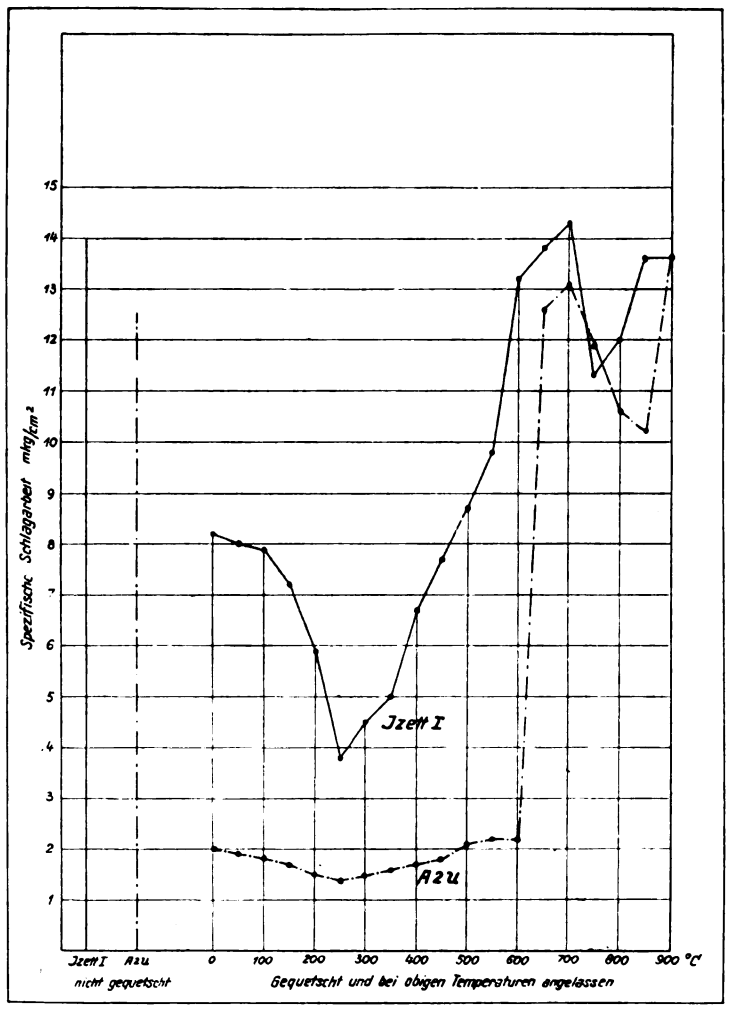


Abb. 21. Kerbzähigkeiten. Mittelwerte aus Tabelle 4 (A 2 U) und Tabelle 8 (Izett I).

Aus den Versuchen ergibt sich demnach, daß auch das Izett-I-Material sich bei der sehr scharfen Quetschprobe, im Gegensatz zu den Ergebnissen mit vorgereckten Probestäben (nach Baumann und Fry) als nicht völlig unempfindlich gegen Kaltreckung mit nachfolgender Alterung erweist. Der Abfall der Kerbzähigkeit ist jedoch bei weitem nicht so stark, auch erstreckt er sich auf ein erheblich geringeres Temperaturintervall als bei den erst gezeigten Vergleichsmaterialien A, B und A2U. Dieser sehr erhebliche Unterschied kommt besonders deutlich in Abb. 21 zum Ausdruck, in der die Gesamtmittelwerte aus Tabelle 8 (Izettmaterial) und das Mittel der beiden Zahlenangaben aus Tabelle 4 (Material A2U, das sich von den Vergleichsmaterialien noch am günstigsten verhalten hatte) zusammen aufgetragen sind.

scheinend eine weitgehende Durcharbeitung des Materials wie sie z. B. bei der Röhrenherstellung nach dem Mannesmannverfahren stattfindet, die günstigen Eigenschaften des Izett-Materials noch deutlicher hervortreten läßt.

Von den Mannesmannröhren-Werken in Düsseldorf-Rath wurden aus Izett-Material Rohre von 7 mm und $3^1/_2$ mm Wandstärke hergestellt. Aus den Rohren wurden Längsstreifen herausgeschnitten und wie beschrieben gequetscht (s. Abb. 6 und 7). Die gequetschten Proben wurden bei 200° angelassen (gealtert) und nach Herstellung des Kerbes mittles des 10 mkg Pendelschlagwerkes geschlagen. Die mittlere Schlagarbeit betrug bei dem Rohr mit 7 mm Wandstärke 11,3 und bei dem Rohr mit $3^1/_2$ mm Wandstärke 11,7 mkg/qcm. Die Werte sind für gequetschtes und bei 200° angelassenes Material als sehr hoch zu bezeichnen. Beim Blech aus Izett-Material

Digitized by Google

war nach Abb. 21 der mittlere Wert der bei 200° angelassenen Proben 5,9 mkg/qcm.

Wie zu erwarten, gaben die von Krupp erzielten Erfolge auf dem Wege der Erzeugung „alterungsgeringen" Materials den Anstoß, daß sich auch andere Werke mit diesem Problem befaßten.

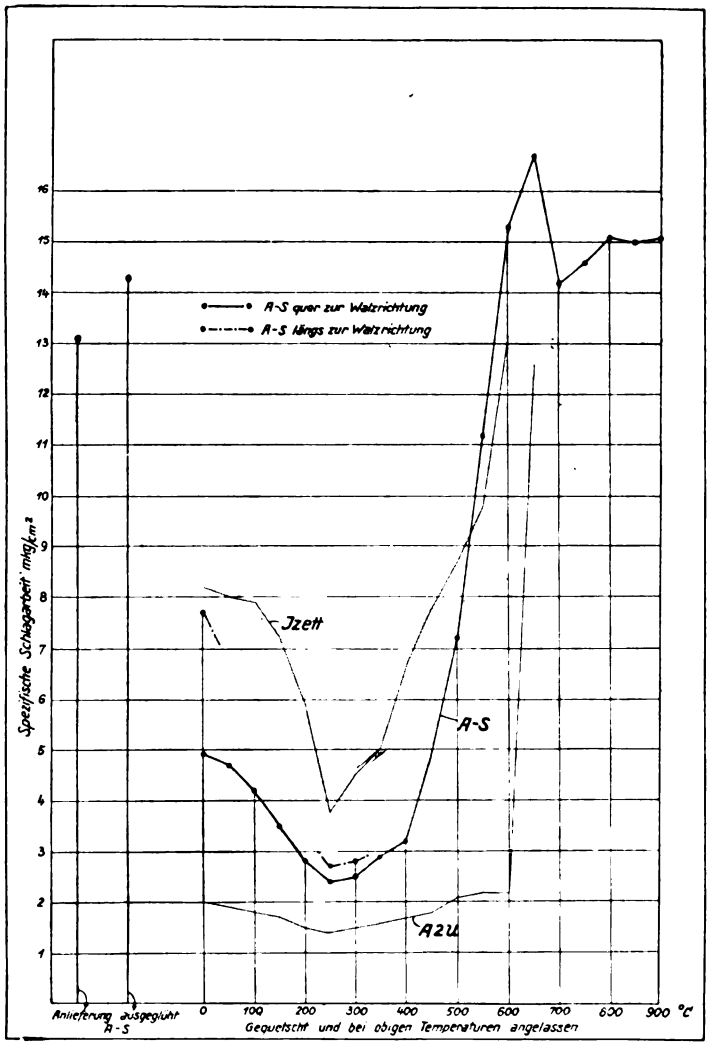


Abb. 22. Kerbzähigkeiten. Vergleich zwischen A – S, Izett und A 2 U.

Am 27. Mai d. J. trat die Preß- und Walzwerk-Aktiengesellschaft Reisholz an das Amt mit dem Ersuchen heran, einen von ihr als A-S-Flußstahl bezeichneten Werkstoff auf sein Verhalten beim Quetschen und Anlassen zu prüfen[1].

Zur Verfügung stand ein Blechabschnitt von 25 mm Blechdicke.

Die Prüfung erfolgte in genau der gleichen Weise wie bei den anderen Blechen. Die Kerbzähigkeit im Zustand der Einlieferung ins Amt betrug im Durchschnitt 13,1 und nach dem Ausglühen bei 900° 14,3 mkg/qcm. Die Versuchsergebnisse mit gequetschten und darauf angelassenen Proben sind in Tabelle 9 zusammengestellt.

In Abb. 22 sind die Versuchsergebnisse aus Tabelle 9 graphisch aufgetragen; zum Vergleich habe ich die Mittelwerte vom Izett- und A2U-Material aus Abb. 21 hier nochmals eingezeichnet.

Tabelle 9. Material A-S (Reisholz).
Proben im Zustand der Einlieferung ins Amt gequetscht.

Nach dem Quetschen 2 St. angelassen bei	Proben quer zur Walzrichtung entnommen. Spez. Schlagarbeit mkg qcm	Proben in der Walzrichtung entnommen. Spez. Schlagarbeit mkg qcm
nicht angelassen	4,9	7,7
50°	4,7	—
100°	4,2	—
150°	3,5	—
200°	2,8	—
250°	2,4	2,7
300°	2,5	2,8
350°	2,9	—
400°	3,2	—
450°	4,9	—
500°	7,2	—
550°	11,2	—
600°	15,3	—
650°	16,7	—
700°	14,2	—
750°	14,6	—
800°	15,1	—
850°	15,0	—
900°	15,1	—

Der Typus der Kurve für A-S-Material ist der gleiche wie für Izett-Material, die spez. Schlagarbeiten liegen jedoch, insbesondere in der gefährlichen Zone zwischen 100 und 400° Anlaßhitze, unter den Werten für das Izett-Material, immer noch aber beträchtlich über den beim Vergleichsmaterial A2U gefundenen Schlagarbeiten. Auch das A-S-Material stellt somit einen deutlichen Fortschritt gegenüber den älteren Materialien dar.

Wenn sich auch die auf Grund der ersten Versuche von Baumann sehr hochgespannten Erwartungen und Hoffnungen, daß es bereits jetzt gelungen sei, ein gegen Kaltreckung und Alterung völlig unempfindliches Material zu erzeugen, noch nicht ganz erfüllt haben, so bedeutet doch das bereits heut Erzielte einen ganz außerordentlichen Fortschritt.

Die von der Firma Krupp und deren maßgebenden Persönlichkeiten bis heute geleistete Pionierarbeit auf dem Wege der Erzeugung eines alterungssicheren Kesselbaustoffes ist als bahnbrechend zu bezeichnen.

Wir stehen heute erst am Anfange der Entwicklung; es darf angenommen werden, daß bei weiterer systematischer Arbeit die bis jetzt erzielten günstigen Ergebnisse noch erheblich übertroffen werden.

[1] Die Bekanntgabe geschieht auf ausdrücklichen Wunsch der Preß- und Walzwerk-Aktiengesellschaft, Reisholz.

Digitized by Google

Über die Sättigungsgrenze des α (Cu-Sn)-Mischkristalls.

Von **M. Hansen**[1].

Gelegentlich einer Untersuchung[2] über die Sättigungsgrenze der ternären kupferreichen Kupfer-Zinn-Zink-Mischkristalle in Abhängigkeit von der Temperatur wurde gefunden, daß Legierungen, die bei 600° aus nur einer Kristallart (ternärer α-Mischkristall) bestehen, durch nachträgliches Anlassen bei 400° eine Entmischung durchmachen. Das Gefüge besteht danach aus α-Mischkristallen, in denen eine hellblaue Kristallart in feiner

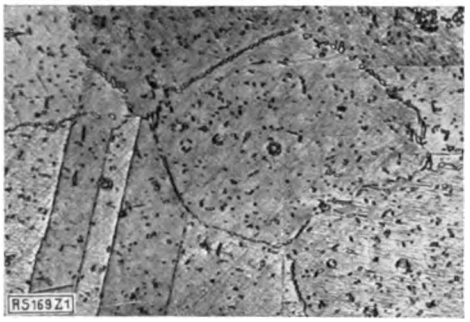


Abb. 1. 83,61% Cu, 13,14% Sn, Rest Zn. — 26 St. bei 600° geglüht und abgeschreckt und darauf 48 St. bei 400° geglüht und abgeschreckt. $v = 225$.

Verteilung eingelagert ist (Abb. 1)[3]. Die Entstehungsbedingungen dieser zweiten Kristallart, die von der δ-Kristallart der reinen Cu-Sn-Legierungen nicht zu unterscheiden ist, sind nach G. Tammann und M. Hansen[4] ganz ähnlich denjenigen der δ-Kristallart der Zweistoff-Bronzen. Auch in Dreistoff-Legierungen, die von Raumtemperatur bis zur Temperatur des Beginns des Schmelzens heterogen sind, wurde dieselbe Entmischung beobachtet. Das Anlassen der bei 600° abgeschreckten Legierungen bringt dann eine zusätzliche Menge der δ-Kristallart zur Ausscheidung (Abb. 2).

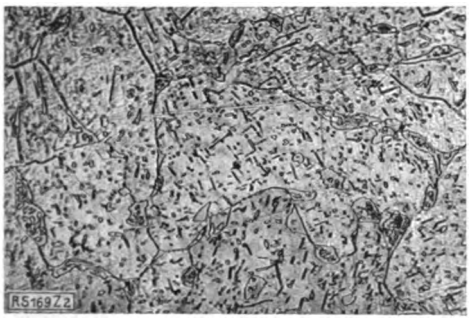


Abb. 2. 75,77% Cu, 8,38% Sn, Rest Zn. — Behandlung der Probe wie bei Abb. 1. $v = 225$.

Eine derartige Löslichkeitsabnahme mit fallender Temperatur in den Dreistoff Cu-Sn-Zn-Legierungen ist nach den bisher veröffentlichten α-Grenzkurven der Cu-Sn-Legierungen — die Löslichkeitsgrenze des α-(Cu-Zn)-Mischkristalls kann einen solchen Einfluß auf keinen Fall ausüben — nicht zu erwarten. Die der Ausarbeitung ursprünglich zugrunde gelegte neuerdings von D. Stockdale[1] bestimmte Löslichkeitskurve zeigt von 800° bis 520° eine Löslichkeitszunahme von 13,3 bis 16,0% Sn in Kupfer; unterhalb 520° bleibt die Löslichkeit unverändert. Da jedoch anzunehmen ist, daß eine Löslichkeitsabnahme zwischen 600° und 400° in den Dreistoff-Legierungen ihre Voraussetzung in dem Zweistoffsystem Cu-Sn hat, so erschien es notwendig, den Verlauf der α-Grenzkurve des Cu-Sn-Schaubildes durch einige Versuche nachzuprüfen. Beim Studium der Stockdaleschen Originalarbeit stellte sich indessen heraus, daß auch schon J. L. Haughton[2] gelegentlich eines Meinungsaustausches über die Arbeit von Stockdale den von Stockdale unterhalb 600° angegebenen Verlauf der Grenzkurve auf Grund von eigenen Versuchen, deren Ergebnis jedoch bis dahin nicht veröffentlicht war, angezweifelt hatte. In Abb. 3 sind die Kurve von Stockdale (ausgezogene Kurve) und die von Haughton ermittelten Punkte dargestellt. Daraus folgt, daß zwischen 800° und 600° beide Kurven sehr gut übereinstimmen; unterhalb 600° weichen dagegen die Kurven voneinander ab, und zwar entspricht der von Haughton ermittelte Verlauf den nach den beobachteten Entmischungsvorgängen in den ternären Cu-Sn-Zn-Legierungen zu erwartenden Verhältnissen. Da Haughton zwischen 600° und 400° keine Punkte bestimmt hat, so ist entweder die Kurve BEF oder die Kurve CEF möglich. Haughton hält den Verlauf BEF für den wahrscheinlicheren.

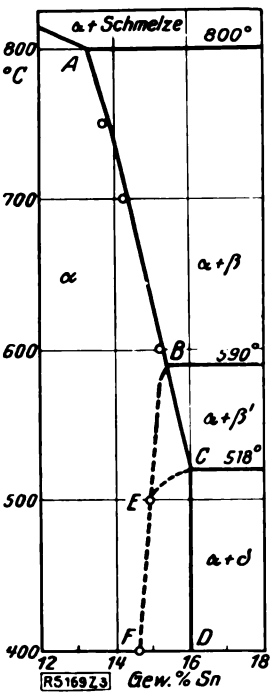


Abb. 3. Die Sättigungsgrenze des α (Cu-Sn)-Mischkristalls nach Stockdale (Kurve ABCD) und Haughton (Kreise).

Mit fallender Temperatur nähert sich die Haughtonsche Sättigungsgrenze der Zusammensetzung von 14% Sn, die auch nach den Bestimmungen von O. Bauer und O. Vollenbruck[3] als Sättigungsgrenze bei Raumtemperatur anzunehmen ist.

Zur Nachprüfung des Kurvenverlaufes unterhalb 600° wurden drei Legierungen mit 14, 15 und 15,5% Sn unter Verwendung von Elektrolytkupfer und reinstem Zinn von Kahlbaum hergestellt. Die Legierungen (200 g) wurden unter einer Holzkohlendecke erschmolzen und zu Rundstäben von 15 mm Durchmesser vergossen (Eisenkokille). Die durch die umgekehrte Blockseigerung hervorgerufenen Konzentrationsunterschiede vom Rand zur Mitte des Stabes wurden mikroskopisch und analy-

[1] Original: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 407—409. 1927.
[2] Wird demnächst veröffentlicht.
[3] Als Ätzmittel wurde stets eine salzsaure Lösung von Eisenchlorid verwendet.
[4] Z. anorg. u. allg. Chem. Bd. 138, S. 137—161. 1924.

[1] J. Inst. of Metals Bd. 34, S. 111—120. 1925 und Z. Metallkunde Bd. 17, S. 407. 1925.
[2] J. Inst. of Metals Bd. 34, S. 121—123. 1925.
[3] Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 40, S. 181—215. 1922 und Z. Metallkunde Bd. 15, S. 119—125 u. 191—195. 1923.

Digitized by Google

tisch ermittelt. In Zahlentafel 1 sind die Analysenwerte zusammengestellt.

Zahlentafel 1.

Bezeichnung	Beabsichtigter Sn-Gehalt	Analysenwerte (ganzer Querschnitt des Stabes)		Sn-Gehalt (aus der Differenz)	
		% Sn	% Cu	Mitte %	Rand %
14	14,0	14,14	85,79	—	14,36
15	15,0	15,10	84,81	14,81	15,37
155	15,5	15,58	84,27	15,31	15,81

Da diese Konzentrationsunterschiede ziemlich erheblich sind, so mußten sie bei der Auswertung der mikroskopischen Beobachtung berücksichtigt werden. Auf

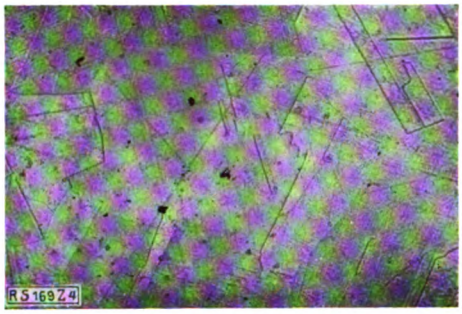


Abb. 4. 84,63% Cu, 15,37% Sn. — 24 St. bei 600° geglüht und innerhalb von 54 St. auf 550° abgekühlt und darauf abgeschreckt, $v = 150$.

jeden Fall wird der mögliche Fehler dadurch kleiner, als wenn der Analysenwert des ganzen Querschnittes, der in den beiden untersuchten Fällen etwa den Mittelwert zwischen Zusammensetzung des Randes (etwa 3 mm) und der Mitte (Bohrloch von etwa 6 mm Durchmesser) trifft, in Rechnung gesetzt wäre. Der Zinngehalt für Mitte und Rand wurde aus dem Unterschied des Kupfergehaltes von 100% gefunden.

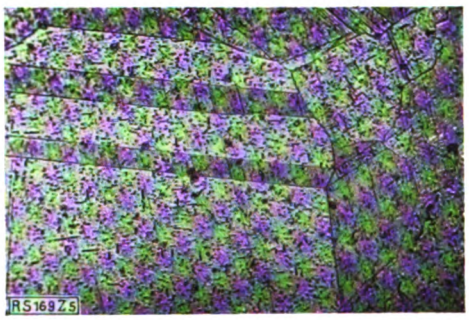


Abb. 5. 84,63% Cu, 15,37% Sn. — 24 St. bei 600° geglüht und abgeschreckt und darauf 72 St. bei 400° geglüht und abgeschreckt, $v = 150$.

Zur Bestimmung des Kurvenverlaufes zwischen 600° und 500° wurden Probestücke der drei Legierungen 24 Stunden bei 600° geglüht und dann abgeschreckt, oder von dieser Temperatur innerhalb mehrerer Tage auf 550° und 500° (Leg. 14 und 15) bzw. 530° (Leg. 155) abgekühlt und darauf abgeschreckt. Die mikroskopische Prüfung ergab folgendes: Die Legierungen 14 und 15 waren bei 600° und 550° homogen (Abb. 4), während Legierung 155 nach dem Abschrecken bei 600° in der Randzone geringe Mengen der β-Kristallart enthielt. Nach dem langsamen Erkalten auf 530° (innerhalb einer Woche) waren diese Anteile völlig in Lösung gegangen. Bei 500° waren in der äußersten Randzone der Legierung 15 die ersten Anteile der δ-Kristallart ausgeschieden. Aus diesen Beobachtungen folgt, daß zwischen 600° und 520° die von Stockdale bestimmte Grenze BC (Abb. 3) gilt.

Die Löslichkeitsänderung zwischen 520° und 400° ließ sich sehr schön durch nachträgliches Anlassen der

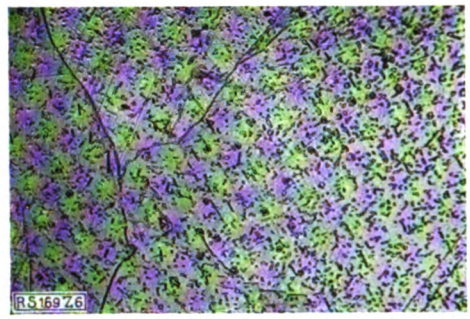


Abb. 6. 84,19% Cu, 15,81% Sn. — 30 St. bei 600° geglüht und innerhalb von 7 Tagen auf 530° abgekühlt und abgeschreckt und darauf 126 St. bei 400° geglüht und abgeschreckt, $v = 150$.

bei 600° bis 500° abgeschreckten Proben zeigen. Nach 24stündigem Glühen bei 400° war die Entmischung in den Legierungen 15 und 155 zwar schon eingetreten, die ausgeschiedenen δ-Partikel waren jedoch nur bei sehr

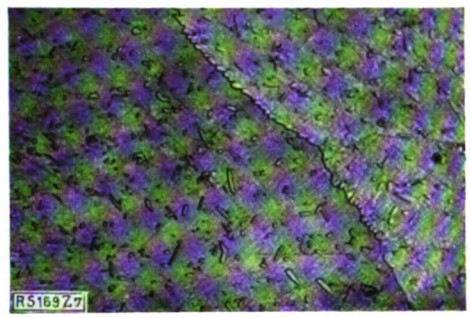


Abb. 7. 84,19% Cu, 15,81% Sn. — 30 St. bei 600° geglüht und innerhalb von 7 Tagen auf 530° abgekühlt und abgeschreckt und darauf 48 St. bei 400° geglüht und abgeschreckt, $v = 375$.

starken Vergrößerungen einwandfrei zu erkennen. Durch längeres Glühen nahm die Zahl und Größe der δ-Kriställchen weiter zu, so daß die Entmischung auch bei mäßigen Vergrößerungen gut zu erkennen war. Abb. 5 bis 7

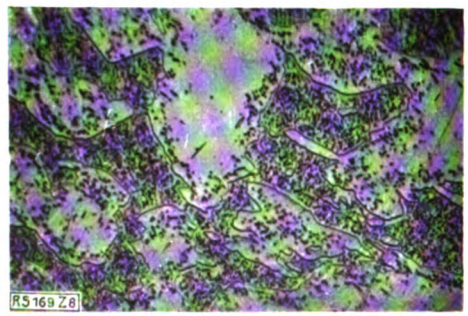


Abb. 8. 80% Cu, 20% Sn (Einwaage). — Innerhalb von 2 St. von 550° auf 515° abgekühlt und abgeschreckt und darauf 45 St. bei 400° geglüht und abgeschreckt, $v = 375$.

geben das Feingefüge von derartig wärmebehandelten Probestücken wieder. Man erkennt zahllose δ-Kriställchen, die, wie bei den Cu-Sn-Zn-Legierungen (Abb. 1 und 2), in den α-Kristalliten eingelagert sind. Aus den Abb. 5 und 6 geht der Einfluß der Glühdauer auf die Größe der δ-Partikel hervor. Die bei 600° abgeschreckte

Digitized by Google

Probe der Legierung 14 zeigte nach 24stündigem Glühen bei 400° noch keine Entmischung, nach 78stündigem Glühen waren in der Randzone wenige δ-Kriställchen an den Korngrenzen der α-Kristallite zu erkennen. Die Grenze bei dieser Temperatur ist daher mit etwa 14,3% Sn anzunehmen.

Auch in Legierungen mit höherem Zinngehalt ist die Löslichkeitsabnahme unterhalb 520° noch wahrzunehmen. Abb. 8 gibt das Feingefüge einer Legierung mit

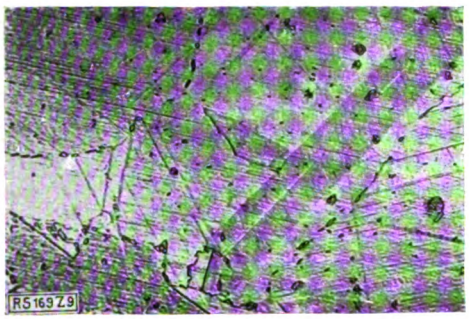


Abb. 9. 85,64% Cu, 14,36% Sn. — 24 St. bei 600° geglüht und abgeschreckt, 78 St. bei 400° geglüht und abgeschreckt und darauf 5 St. bei 400° geglüht und innerhalb von 3 Tagen bis auf Raumtemperatur erkaltet. $v = 150$.

20% Sn wieder, die nach einer Abschreckung bei 515° nachträglich 45 Stunden bei 400° angelassen war. In den α-Kristallen, die nach dem Abschrecken bei 515° homogen waren, befinden sich nunmehr winzige Einlagerungen der δ-Kristallart.

Zur Feststellung einer etwaigen weiteren Löslichkeitsabnahme zwischen 400° und Raumtemperatur wurden Proben der drei Legierungen, die bei 400° angelassen worden waren, weitere 5 Stunden bei 400° geglüht und darauf innerhalb von 3 Tagen auf Raumtemperatur erkalten gelassen. Während in den Legierungen 15 und 155 eine Zunahme der δ-Kristallart nicht eindeutig festzustellen war, da die Menge der zusätzlich ausgeschiedenen δ-Partikel gegenüber der bei 400° ausgeschiedenen zu klein ist, zeigte die Randzone der Legierung 14 eine deutliche Zunahme der δ-Kristalle nach dieser Wärmebehandlung (Abb. 9).

Die Sättigungskonzentration bei gewöhnlicher Temperatur ist danach etwa 14% Sn, nach O. Bauer und O. Vollenbruck genau 13,9% Sn.

Die vorliegenden Ergebnisse, die in Abb. 10 dargestellt sind, ergeben eine Übereinstimmung mit Stockdale hinsichtlich des Kurvenverlaufs von 600 bis 520° mit Haugthon bezüglich der Grenzkurve von 500 bis 400° und mit Bauer und Vollenbruck bezüglich der Zusammensetzung des gesättigten α-Mischkristalls bei Raumtemperatur. Die in Abb. 10 dargestellte Richtungsänderung der Löslichkeitskurve ist eher zu erwarten, als der von Haughton vermutete Verlauf BEF (Abb.3), dadurch den bei 520° eintretenden eutektoiden Zerfall die völlig andersartige δ-Kristallart gebildet wird, für die auch ganz andere Löslichkeitsverhältnisse gelten werden. Entsprechendes gilt nach O. Bauer und M. Hansen[1] auch für die zinkreichen γ-(Cu-Zn)-Mischkristalle, die mit dem Auftreten der ε-Kristallart unterhalb der eutektoiden Zerfallstemperatur des δ-Mischkristalls (555°) eine erhebliche Entmischung erleiden.

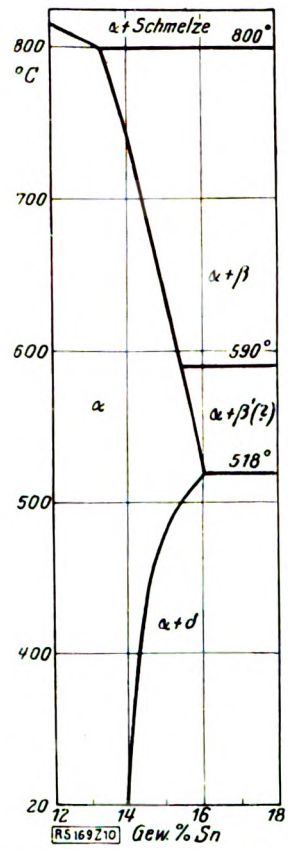


Abb. 10. Die Sättigungsgrenze des α (Cu-Sn)-Mischkristalls nach Stockdale (von 800° bis 518° C) und eigenen Versuchen (von 600° C bis Raumtemperatur).

Frl. Irmgard Gabrich bin ich für ihre Mitarbeit zu Dank verpflichtet.

[1] Der Aufbau der Kupfer-Zinklegierungen; eine Monographie. Berlin: Julius Springer 1927.

Zur Kenntnis der Zinnbronzen.

Von **M. Hansen**[1].

Die Kupfer-Zinn-Legierungen mit etwa 16 bis 25% Zinn machen bei 580 bis 590° eine Umwandlung durch, deren Deutung noch umstritten ist. Nach S. L. Hoyt[2], der diese Umwandlung erstmalig feststellte, und O. Bauer und O. Vollenbruck[3] (vgl. Abb. 1) entspricht die Reaktion dem Zerfall des β-Mischkristalls in die beiden Kristallarten α und γ. Der γ-Mischkristall zerfällt bei 520° weiter in das charakteristische (α + δ)-Eutektoid der Bronzen (δ = Cu_4Sn). Auf Abkühlungskurven macht sich die obere Reaktion durch bedeutend schwächere Wärmetönungen bemerkbar als die untere, und zwar tritt sie (nach Bauer-Vollenbruck) nur dann auf, wenn die Legierungen vorher durch längeres Glühen bei etwa 700 bis 750° ins Gleichgewicht gebracht sind. Die Existenz der Umwandlung wurde von T. Isihara[1] durch Messungen des elektrischen Widerstandes und T. Matsuda[2] sowie D. Stockdale[3] mit Hilfe von Erhitzungs- und Abkühlungskurven bestätigt. Nach Isihara handelt es sich um eine (in einem Temperaturintervall statt-

[1] Original: Z. anorg. u. allg. Chem. Bd. 170, S. 18—24. 1928.

[2] S. L. Hoyt: J. Inst. Metals Bd. 10, S. 259. 1913; Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng. Bd. 60, S. 198. 1919; J. Inst. Metals Bd. 34, S. 123. 1925.

[3] O. Bauer und O. Vollenbruck: Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 40, S. 181. 1922; Z. Metallkunde Bd. 15, S. 119. 1923.

[1] T. Isihara: Journ. Inst. Metals Bd. 31, S. 315. 1924; Sci. Rep. Tôhoku Imp. Univ. Bd. 13, S. 75. 1924; Bd. 15, S. 225. 1926.

[2] T. Matsuda: Sci. Rep. Tôhoku Imp. Univ. Bd. 11, S. 223. 1922.

[3] D. Stockdale: J. Inst. Metals Bd. 34, S. 111. 1925.

Digitized by Google

findende) Umwandlung der α-Kristallart in α' (Abb. 2), während Stockdale eine Umwandlung des β-Mischkristalls in eine Form β', die zwischen 590° und 520° beständig sein soll, annimt. Dieser Deutung hat sich neuerdings auch A. R. Raper[1] angeschlossen, und zwar

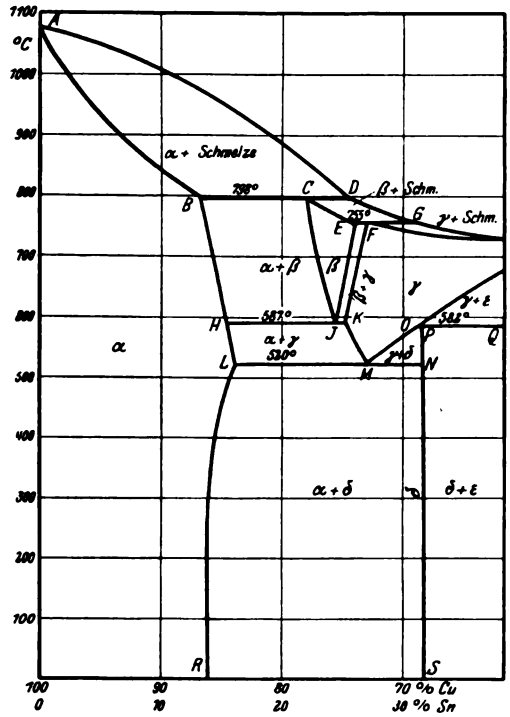


Abb. 1. Zustandsschaubild nach O. Bauer und O. Vollenbruck.

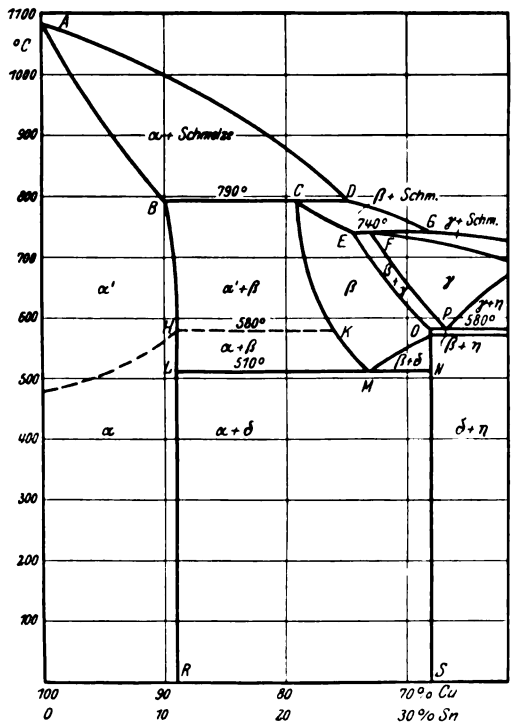


Abb. 2. Zustandsschaubild nach T. Isihara.

hauptsächlich auf Grund einer von ihm gefundenen Richtungsänderung der $\beta(\alpha+\beta)$-Grenzkurve bei 580° (Abb. 3)[2].

[1] A. R. Raper: J. Inst. Metals Bd. 38, S. 217–231. 1927.

[2] Nach Untersuchungen von Stockdale (l. c.) und M. Hansen (Z. Metallkunde Bd. 19, S. 407. 1927) weist die α-Grenzkurve keine Richtungsänderung bei dieser Temperatur auf (s. Abb. 1).

Isihara, Matsuda, Stockdale, Raper und frühere Forscher vertreten die Ansicht, daß nicht die γ-Kristallart bei 520° in das Eutektoid zerfällt, sondern die β-Kristallart. In diesem Zusammenhang soll jedoch nicht darauf eingegangenen werden, welche Annahme die wahrscheinlichere ist, da die Phasenumwandlungen im Bereich von etwa 25 bis 38% Zinn, mit denen die Beantwortung dieser Frage unmittelbar zusammenhängt, wie aus einem Vergleich der Abb. 1, 2 und 3 hervorgeht, noch nicht endgültig geklärt sind. Die gestrichelten Kurven der Abb. 3 sind hypothetisch[1].

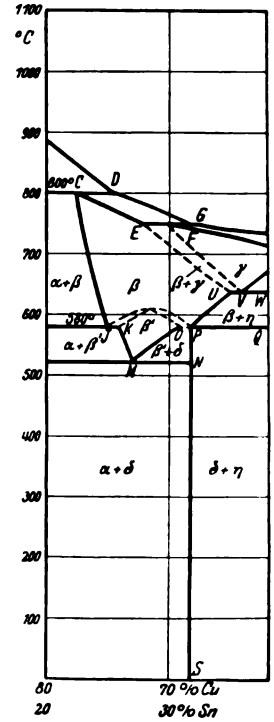


Abb. 3. Zustandsschaubild nach A. R. Raper.

Beim Abschrecken von Legierungen mit etwa 15 bis 25% Zinn von Temperaturen oberhalb 520° beobachtet man häufig neben den zu erwartenden zwei Kristallarten eine dritte Kristallart, die in Form von grauvioletten Säumen[2] an den Begrenzungen der α- und γ-Kristalle (nach Bauer-Vollenbruck) bzw. α- und β-Kristalle eingelagert ist (Abb. 5). Diese Säume wurden schon von C. T. Heycock und F. H. Neville[3] in ihrer klassischen Arbeit über die Konstitution der Kupfer-Zinn-Legierungen beschrieben und für die δ-Kristallart angesehen, die sich während des Abschreckens ausgeschieden haben sollte. Hoyt (1913) brachte sie jedoch in Zusammenhang mit der Wärmetönung bei 587° und nahm weiter an, daß die untere Wärmetönung (bei 520°) auf den Zerfall der übriggebliebenen β-Kristalle zurückzuführen sei. Er betont jedoch selbst, daß diese Erklärung in Widerspruch zu seinem Schaubild (vgl. Abb. 1) steht.

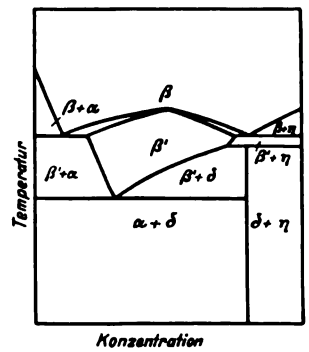


Abb. 4.

[1] Die Einordnung dieser hypothetischen Kurven in das Schaubild steht in Widerspruch zu den Gesetzen vom heterogenen Gleichgewicht. Nach Raper (Abb. 3) bildet eine Legierung von der Zusammensetzung S von hohen Temperaturen kommend bei 580° (Punkt P) ein Eutektoid ($\beta' + \eta$); sie würde also aus den beiden genannten Kristallarten bestehen. Wie allgemein angenommen wird, besteht eine Legierung dieser Zusammensetzung jedoch nur aus einer Phase, der Verbindung $Cu_4Sn = \delta$, die bis herauf zu 580° beständig ist. Die Raperschen Umwandlungskurven des β-Mischkristalls könnten also nur so angeordnet sein, wie aus der schematischen Abb. 4 hervorgeht. Es müßte demnach noch ein Phasenfeld ($\beta' + \eta$) existieren.

[2] Nach dem Ätzen mit $HCl + FeCl_3$.

[3] C. T. Heycock und F. H. Neville: Phil. Trans. Roy. Soc. (A) Bd. 202, S. 1. 1904.

Digitized by Google

Da die Wärmetönung bei 580 bis 590° in den ternären Kupfer-Zinn-Zink-Legierungen bedeutend ausgeprägter ist, untersuchte Hoyt (1919, 1925) die Bildung der Säume eingehender an einer Legierung mit 75% Cu, 15% Sn und 10% Zn. Er stellte dabei fest, daß sich nach dem Abschrecken von Temperaturen kurz oberhalb 520° sogar eine weitere hellgraue (von ihm als

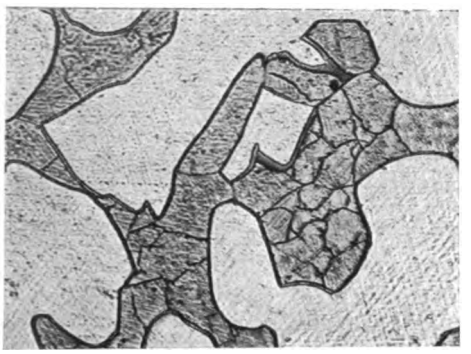


Abb. 5. 80% Cu, 20% Sn. 20 St. bei 560° geglüht und in Eiswasser abgeschreckt. $v = 300$.

γ bezeichnete) Phase gebildet hatte, so daß nebeneinander die Kristallarten α, β, γ und die Säume vorhanden waren (Abb. 6). Abb. 6 beweise die Bildung des $(\alpha + \gamma)$-Eutektoids nach dem Zustandsschaubild der Abb. 1, wenn man annähme, daß die Zusammensetzung des Eutektoids nahezu mit der reinen β-Kristallart zusammenfällt, doch zerfalle nicht der β-Mischkristall direkt in $\alpha + \gamma$, sondern die „Zwischenphase" (Säume). Die Entstehungsbedingungen dieser „Zwischenphase" seien jedoch noch ungeklärt.

Die Bildung der Säume wurde auch von Stockdale beobachtet, jedoch nur beim Abschrecken von Temperaturen oberhalb 590°. Mit zunehmender Abschreck-

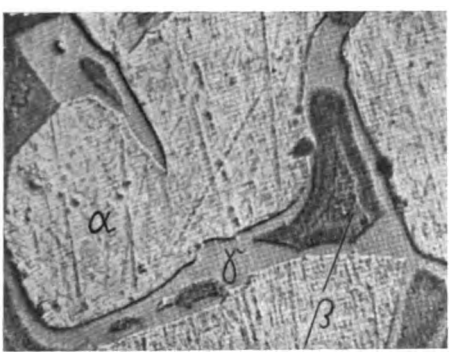


Abb. 6. 75% Cu, 15% Sn, 10% Zn. $v = 800$. (Nach S. L. Hoyt, 1919.)

geschwindigkeit nahm die Breite der Säume ab. Dieses Verhalten beweist nach Stockdale, daß die β-Kristallart bei 590° eine polymorphe Umwandlung in β' durchmacht. Durch das Auftreten einer „Umkristallisation"[1], die auch in der Abb. 5 zu erkennen ist, hält Raper die Existenz der β'-Modifikation für erwiesen, während nach Bauer-Vollenbruck diese Kristallart als der

[1] Es ist noch zweifelhaft, ob die Bildung kleinerer Kristalle in diesem Falle auf Umkristallisation oder Aufspaltung infolge innerer Spannungen zurückzuführen ist, doch scheint das letztere eher der Fall zu sein. Wie P. Braesco (Ann. de phys. Bd. 14, S. 6. 1920) und T. Matsuda (l. c.) gezeigt haben, ist die Eutektoidbildung mit einer diskontinuierlichen Ausdehnung verbunden.

γ-Mischkristall anzusehen ist. Oberhalb 587° bestehen die Legierungen aus einem Gemenge von α- und nadeligen β-Kristallen (Abb. 7).

Um die Voraussetzungen der Bildung der Säume näher kennenzulernen, wurden zahlreiche Abschreckungsversuche unter verschiedenen Bedingungen ausgeführt. Dabei wurde festgestellt, daß die Ausbildung

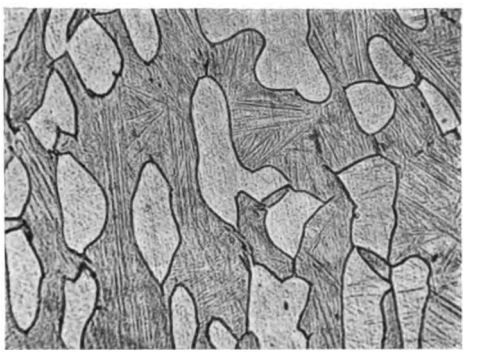


Abb. 7. 80% Cu, 20% Sn. Bei 750° in Eiswasser abgeschreckt. $v = 200$.

der Säume in hohem Maße von der Abschreckgeschwindigkeit und der Abschrecktemperatur abhängt:

1. Bei gleichen Abschreckbedingungen nimmt die Breite der Säume mit fallender Abschrecktemperatur zu und wird — im Gegensatz zu der Stockdaleschen Beobachtung — um so größer, je mehr sich die Abschrecktemperatur 520° nähert (vgl. Abb. 5 und 8). Selbst beim Abschrecken von 720° konnten jedoch an einigen Stellen noch sehr schmale Säume beobachtet werden, wenn die Abschreckung nicht schnell genug erfolgte.

2. Bei gleicher Abschrecktemperatur sind die Säume um so breiter, je langsamer die Abschreckung erfolgt (vgl. Abb. 5 und 9).

Abb. 8. 76,5% Cu, 23,5% Sn. Bei 535° in Eiswasser abgeschreckt. $v = 300$.

Es ist klar, daß die Strukturen der Abb. 5, 8 und 9 nicht im Gleichgewicht sind. Nimmt man jedoch an, daß die Säume mit der β'-Phase (nach Stockdale) identisch sind, so wäre ihre Bildung wohl beim Abschrecken von Temperaturen oberhalb 590° zu erwarten, doch nicht von Temperaturen unterhalb der Umwandlungstemperatur um so mehr, als nach einer Glühdauer von 20 Stunden (Abb. 5) die Bildung der β'-Kristalle hätte beendet sein müssen. Nach den angegebenen Regeln liegt es näher zu vermuten, daß es sich um eine Kristallart handelt, die bei tieferen Temperaturen auftritt und deren Bildung durch den Abschreckvorgang nicht zu unterdrücken ist. Hier käme nur die δ-Kristall-

Digitized by Google

art in Frage, die bei 520° gebildet wird. Daß es jedoch nicht, wie Heycock und Neville vermuteten, die reine

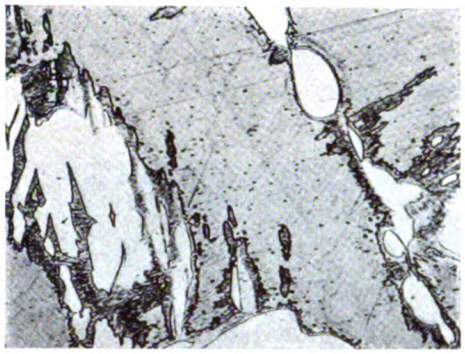


Abb. 9. 77,5% Cu, 22,5% Sn. Bei 570° in siedendem Wasser abgeschreckt. $v = 300$.

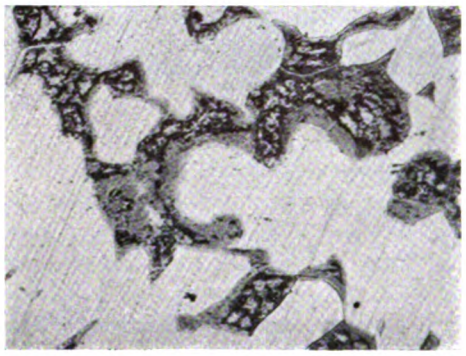


Abb. 10. 80% Cu, 20% Sn. Bei 525° in Wasser von 80° abgeschreckt. $v = 300$.

Abb. 11. 78,26% Cu, 12,64% Sn, Rest Zn. Bei 565° in Wasser abgeschreckt. $v = 500$.

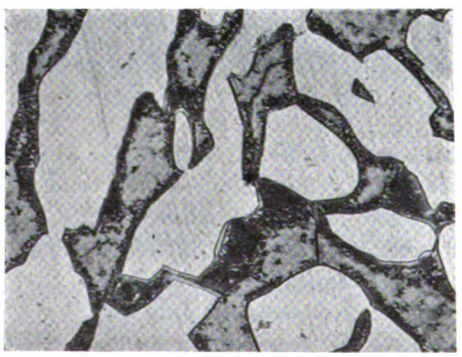


Abb. 12. 80% Cu, 20% Sn. Bei 540° in siedendem Wasser abgeschreckt. $v = 300$.

weißer glänzender Färbung, die unzweifelhaft die δ-Kristallart ist. Größere Wahrscheinlichkeit hat daher

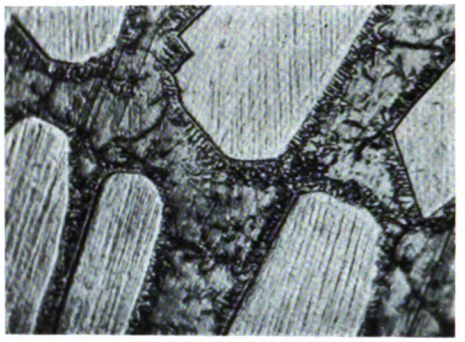


Abb. 13. 78,5% Cu, 21,5% Sn. Bei 540° in siedendem Wasser abgeschreckt. $v = 800$.

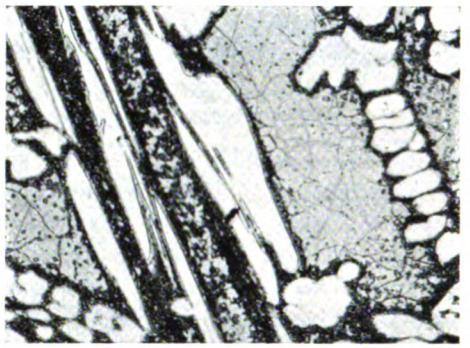


Abb. 14. 76,5% Cu, 23,5% Sn. Bei 530° in siedendem Wasser abgeschreckt. $v = 100$.

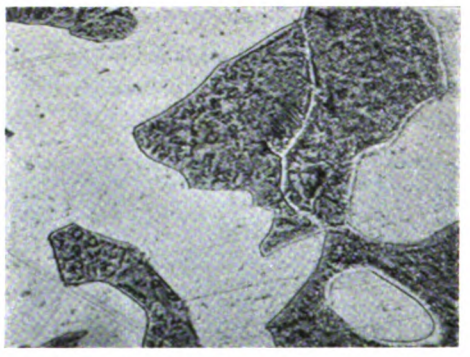


Abb. 15. 80% Cu, 20% Sn. Bei 525° in Wasser von 80° abgeschreckt $v = 600$.

Abb. 16. 78,26% Cu, 12,64% Sn, Rest Zn. Bei 537° in siedendem Wasser abgeschreckt. $v = 1000$.

δ-Kristallart sein kann, geht daraus hervor, daß diese Kristallart unter gewissen Abschreckbedingungen außer den Säumen gebildet wird. In Abb. 9 erkennt man nämlich neben den Säumen eine vierte Kristallart von die Annahme, daß die grauvioletten Säume als ein Zwischenprodukt des bei 520° aus dem γ- bzw. β-Mischkristall gebildeten ($\alpha + \delta$)-Eutektoids anzusehen sind, d. h. als das Eutektoid in einer hochdispersen Form,

Digitized by Google

die sich wie eine einzige Phase mit charakteristischen Ätzeigenschaften verhält. Tatsächlich gelingt es durch geeignete Abschreckbedingungen Übergangszustände zwischen den Säumen (eine Phase) und dem Eutektoid (zwei Phasen) zu erzeugen.

Abb. 10 und 11 zeigen, daß langsame Abschreckung zur Bildung so breiter Säume führen kann, daß sie ganze Kristalle der zerfallenden Phase einnehmen, ebenfalls ein Beweis dafür, daß die Säume mit der δ-Kristallart nicht identisch sein können. Abb. 11 zeigt das Gefüge einer ternären Cu-Sn-Zn-Legierung, die langsam von 565° [1] abgeschreckt war. Die „wolkige" Struktur des in der linken oberen Ecke befindlichen Kristalls ist typisch für das ($\alpha + \delta$)-Eutektoid in „statu nascendi".

Abb. 12 gibt das Gefüge einer Legierung wieder, die bei 540° in siedendem Wasser abgeschreckt wurde. Man erkennt, daß diese Abschreckgeschwindigkeit gerade ausreichte, die verschiedenen Zustände der Eutektoidbildung hervorzurufen; neben den dunklen Säumen sind weiße zusammenhängende δ-Ränder und kleine δ-Kriställchen zu sehen. Abb. 13 zeigt das Gefüge einer anderen Legierung nach derselben Wärmebehandlung unter stärkerer Vergrößerung. Die α-Kristalle, die offenbar impfend wirken, sind hier umgeben von Säumen, die aus zahlreichen kleinen Sternchen und Nadeln der δ-Kristallart bestehen. Beim Abschrecken von 530° in siedendem Wasser sind die δ-Kristalle schon bei niederen Vergrößerungen zu unterscheiden (Abb. 14). In beiden Fällen ist es schon nicht mehr zur Ausbildung der eigentlichen grauvioletten Säume gekommen, da die Abschreckgeschwindigkeit zu gering war. Auch eine rein eutektoide Legierung mit 27% Sn scheidet beim Abschrecken von Temperaturen oberhalb 520° stets primär δ-Kristalle aus. Im unterkühlten Zustande ist demnach das Eutektoid zu kupferreicheren Konzentrationen verschoben, so daß beim Abschrecken die Verlängerung der Kurve OM (Abb. 1) überschritten wird. Durch langsames Abschrecken von noch tieferer Temperatur erhält man das Eutektoid, das jetzt die ganzen Kristalle einnimmt, schon in ziemlich grober Form (Abb. 15), während es bei einer ternären Legierung zufällig gelang, das Eutektoid so feinkörnig zu erzeugen, daß es bei 1000-facher Vergrößerung gerade aufzulösen war (Abb. 16).

Aus den vorliegenden Ergebnissen ist zu schließen, daß die Bildung der Säume nicht mit der Umwandlung bei 587° zusammenhängt und nicht auf eine polymorphe Umwandlung der β-Kristallart zurückzuführen ist. Das Schaubild von Bauer-Vollenbruck wird also nicht davon berührt.

[1] Für die ternären Legierungen gelten andere Umwandlungstemperaturen.

Der Aufbau der aluminiumreichen Silber-Aluminiumlegierungen.

Von **M. Hansen**[1].

Durch eine Anzahl neuerer Arbeiten ist der Aufbau der meisten binären Aluminium-Legierungen, insbesondere der Grad der Löslichkeit der wichtigsten Zusatzmetalle im Aluminium, im festen Zustande aufgeklärt.

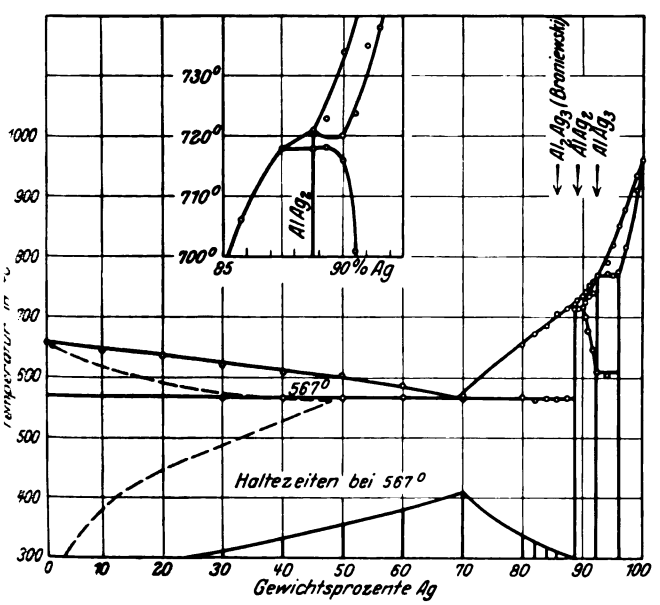


Abb. 1. Zustandsschaubild des Systems Ag—Al nach G. I. Petrenko.

Über die Löslichkeit des Silbers im Aluminium ist dagegen nur sehr wenig bekannt. Durch die Alterungsversuche mit binären Silber-Aluminium-Legierungen von W. Kroll[1] ist bewiesen, daß eine Löslichkeit besteht und daß sie mit steigender Temperatur zunimmt. Zur Erweiterung unserer Kenntnis von der Konstitution der Aluminium-Legierungen und um die Grundlage für die Veredelung von binären und komplexen Aluminium-Legierungen mit Silber zu schaffen, schien es angezeigt, den Grad der Löslichkeit bei verschiedenen Temperaturen genauer zu bestimmen.

Frühere Untersuchungen.

Das System Aluminium-Silber wurde thermisch von H. Gautier[2] und G. I. Petrenko[3] untersucht. Gautier bestimmte nur die Kurve des Beginns der Erstarrung und erhielt einen Höchstwert entsprechend der Verbindung $AlAg_2$. Das vollständige Zustandsschaubild von Petrenko ist in Abb. 1 wiedergegeben. Petrenko schloß daraus auf die Existenz von den beiden Verbindungen $AlAg_2$ (88,89 Gew.-% Ag) und $AlAg_3$ (92,31 Gew.-% Ag). Der Verlauf seiner Kurven des Endes der Erstarrung im Konzentrationsgebiet der Verbindungen (s. Nebenabbildung) ist jedoch theoretisch unhaltbar. Eher wäre nach Petrenkos thermischen Daten anzunehmen, daß sich die Verbindung $AlAg_2$ durch eine peritektische Reaktion bei 718° bildet und daß die Legierung von der Zusammensetzung $AlAg_3$

[1] Original: Z. Metallkunde Bd. 20, S. 217—222. 1928.

[1] W. Kroll: Metall u. Erz Bd. 23, S. 555—557. 1926.

[2] H. Gautier: Comptes Rendus Bd. 123, S. 109—112. 1896.

[3] G. I. Petrenko: Z. anorg. Chem. Bd. 46, S. 49—59. 1905.

Digitized by Google

dem Endpunkt der peritektischen Horizontalen bei 770° entspricht, also einen Grenzmischkristall darstellt.

Nach Petrenko bilden Aluminium und die Verbindung $AlAg_2$ ein Eutektikum bei etwa 69% Ag und 567°; aluminiumreiche Mischkristalle sind nicht vorhanden. Da Petrenko jedoch bei einer Legierung mit 20% Ag eine eutektische Kristallisation nicht mehr beobachtete, erscheint die Annahme einer beträchtlichen Löslichkeit des Silbers im Aluminium bei der eutektischen Temperatur bereits gerechtfertigt. Die Existenz eines Mischkristallgebietes entging Petrenko, da er nur ungeglühte Legierungen mikroskopisch prüfte und offenbar die beim Ätzen dunkel gefärbten Zonen der Schichtkristalle für Eutektikum ansah.

W. Broniewski[1] bestimmte die elektrische Leitfähigkeit, den Temperaturkoeffizienten des elektrischen Widerstandes, die thermo-elektrische Kraft und das Potential[2] der Silber-Aluminium-Legierungen. Die Kurven des Temperaturkoeffizienten (Abb. 2) und der thermoelektrischen Kraft zeigen zwei ausgeprägte Höchstwerte

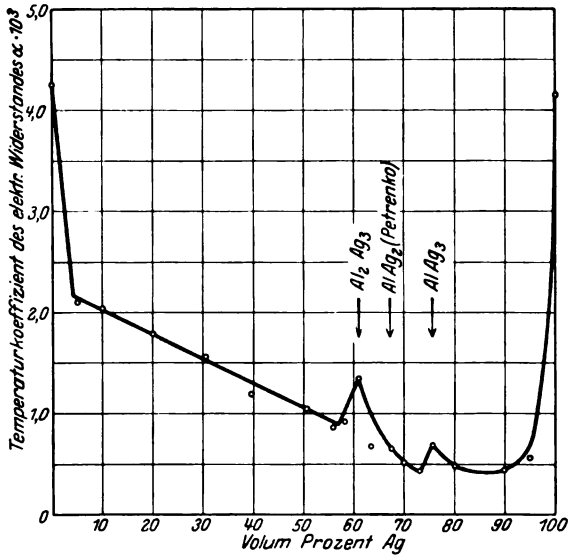


Abb. 2. Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstandes des Systems Ag—Al nach W. Broniewski.

bei 60,9 und 75,4 Volum-% Ag den Verbindungen Al_2Ag_3 (85,71 Gew.-% Ag) und $AlAg_3$ entsprechend. Hinsichtlich der aluminiumreicheren der beiden vermuteten Verbindungen gehen also Petrenkos und Broniewskis Ansichten auseinander. Da die von Broniewski angenommene Verbindung Al_2Ag_3 jedoch mit Petrenkos Erstarrungskurve nicht zu vereinen ist (vgl. Abb. 1), hat es größere Berechtigung mit Petrenko anzunehmen, daß sich eine Kristallart von der Formel $AlAg_2$ am Aufbau der aluminiumreichen Legierungen beteiligt[3]. Der steil abfallende Ast an der Aluminiumseite der Kurve des Temperaturkoeffizienten (Abb. 2) läßt ebenfalls das Vorhandensein von Mischkristallen erkennen.

[1] Broniewski: Ann. chim. phys. Bd. 25, S. 80—86. 1912.

[2] Eine Kritik der Potentialmessungen von Broniewski siehe bei R. Kremann: Elektrochemische Metallkunde in W. Guertlers Handbuch „Metallographie" Bd. II, Teil 1, Abschn. 3, S. 120—124. Berlin: Gebr. Borntraeger 1912.

[3] Immerhin bedarf die Frage nach der Zusammensetzung der Verbindung einer experimentellen Klärung, die jedoch nicht im Rahmen der vorliegenden Untersuchung liegt.

Nach Angaben von W. Kroll[1] beginnt die Löslichkeit bei 20° „mindestens bei 1,3% Ag" und erreicht bei etwa 525° „mindestens 9% Ag".

Experimentelles.

Die Legierungen wurden aus Feinsilber von Heraeus und deutschem Aluminium von größtmöglicher Reinheit[2] mit 0,10% Silizium, 0,16% Eisen, 99,74% Aluminium (Differenz) hergestellt. Das Aluminium wurde in Tiegeln aus Pythagorasmasse (Haldenwanger-Spandau) im elektrischen Ofen erschmolzen und das Silber nach und nach in kleinen Stücken gelöst.

Zur Aufnahme von Abkühlungskurven wurden die Schmelzen (100 g) im Ofen erkalten gelassen. Die Abkühlungsgeschwindigkeit betrug während der primären Kristallisation im Mittel 3° in der Minute. Für Temperaturmessungen dienten von der Physikalisch-technischen Reichsanstalt geeichte Pt—Pt/Rh-Thermoelemente.

Um ein feinkörniges Gefüge zu erzielen, wurden die Legierungen für die Glühversuche (120 g Einwaage) zu Blöckchen von 20 mm Dicke und 35 mm Breite vergossen. Die Kokille bestand aus weichem Eisen und hatte eine Wandungsstärke von 20 mm; sie wurde nicht vorgewärmt. Mit Ausnahme der neun Legierungen mit 13,84 bis 29,79% Ag (s. Tabelle 3) wurden die Blöckchen um 50% warm heruntergeschmiedet, doch wurden auch von den genannten Legierungen in einigen Fällen gestauchte Proben verwendet, insbesondere bei der Festlegung der Sättigungsgrenze bei 400° und 450°. In allen Legierungen mit Ausnahme der in Tabelle 1 angeführten wurde der Silbergehalt elektrolytisch bestimmt (Tabelle 3).

Die Glühungen wurden in elektrischen Röhrenöfen ohne Anwendung einer neutralen oder reduzierenden Atmosphäre ausgeführt. Bei den langen Glühungen wurde eine Temperaturkonstanz von wenigstens ±5° durch Anwendung eines Temperaturreglers gewährleistet. Das Abschrecken erfolgte fast durchweg in Eiswasser.

Zum Ätzen der Schliffe diente 20proz. Natronlauge und das von J. R. Villela[3] angegebene Ätzmittel[4], das vorzügliche Dienste leistete. Geringe Mengen der Verbindung $AlAg_2$ ließen sich durch die Färbung, Form oder Art der Ausscheidung von den verunreinigenden Al-Fe-Si-Bestandteilen einwandfrei unterscheiden, auch in den Fällen, wo die Zahl der Verbindungskriställchen gegenüber den Verunreinigungen sehr gering war. Größere Mengen der Verbindung sind auch in ungeätzten Schliffen zu erkennen.

Das Zustandsschaubild.

Aus den Ergebnissen der Untersuchung wurde der in Abb. 3 dargestellte Teil des Gleichgewichtsschaubildes der Silber-Aluminium-Legierungen mit 0 bis 60 Gew.-% Ag gezeichnet.

[1] W. Kroll: l. c.

[2] Der Direktion des Lautawerkes sei auch an dieser Stelle für die bereitwillige Überlassung des Aluminiums bestens gedankt. Nach Mitteilung des Werkes sollte das Aluminium 0,08% Si, 0,13% Fe und 99,79% Al (Differenz) enthalten.

[3] M. G. Corson: Aluminium, The Metal and its Alloys. London: Chapman and Hall, Ltd., 1926.

[4] 3 (Volum-) Teile Glyzerin, 2 Teile Fluorwasserstoffsäure, 1 Teil konz. Salpetersäure.

Digitized by Google

1. Die Kurve des Beginns der Erstarrung.

Die Ergebnisse der thermischen Bestimmungen sind in Tabelle 1 und Abb. 3 wiedergegeben. Die Temperaturen liegen fast durchweg etwas tiefer, als die von Petrenko an gleichen Legierungen bestimmten; die eutektische Temperatur (558°) liegt um 9° tiefer. Wie die mikroskopische Untersuchung in Übereinstimmung damit ergab, liegt die eutektische Temperatur zwischen 555° und 565°. Die Legierungen mit 10, 20 und 30% Ag zeigten bei den im Ofen herrschenden Abkühlungsbedingungen keine eutektische Kristallisation.

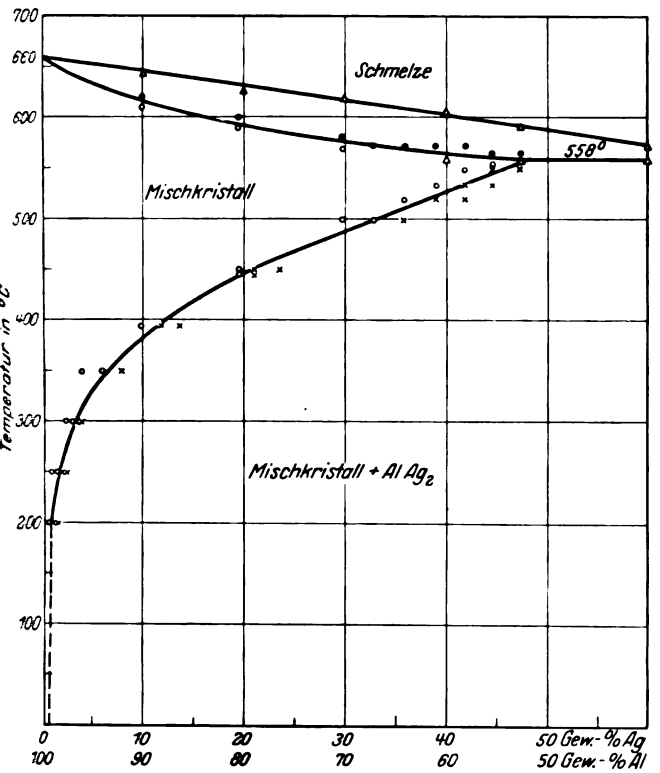


Abb. 3. Zustandsschaubild des Systems Ag—Al von 0 bis 60 Gew.-% Ag nach eigenen Untersuchungen.

Tabelle 1. Thermische Bestimmung der Kurve des Beginns der Erstarrung und der eutektischen Temperatur (Abkühlungskurven).

Gew.-% Ag	Beginn der Erstarrung	Eutektische Temperatur
10 (Einwaage)	643°	—
20 „	627°	—
30 „	619°	—
40 „	607°	559°
47,31 (Analyse)	591°	557°
60 (Einwaage)	573°	558°

2. Die Kurve des Endes der Erstarrung.

Da die Temperaturen des Endes der Kristallisation der Mischkristalle nicht mit Hilfe der Abkühlungskurven festgestellt werden konnten, wurden sie mikroskopisch bestimmt. Die durch langes Glühen homogenisierten Proben wurden langsam auf die gewünschte Abschrecktemperatur erhitzt und etwa 15 bis 20 Minuten konstant gehalten. Die Ergebnisse sind der Tabelle 2 und der Abb. 3 zu entnehmen. Die Genauigkeit beträgt ± 5°. Die Kurve weist eine ziemlich starke, konvexe Krümmung zur Konzentrationsachse auf.

Tabelle 2. Bestimmung der Kurve des Endes der Erstarrung.

Gew.-% Ag (Analyse)	Abschreck-temperatur	Feingefüge
9,94	610°	Homogener Mischkristall
	620°	Mischkristall u. schnell erstarrte Schmelze
19,51	590°	Homogener Mischkristall
	600°	Mischkristall u. schnell erstarrte Schmelze
29,79	570°	Homogener Mischkristall
	580°	Mischkristall u. schnell erstarrte Schmelze (Abb. 8)
32,90	572°	Mischkristall u. schnell erstarrte Schmelze
35,81	572°	desgl.
39,00	572°	desgl.
44,64	555°	Homogener Mischkristall
	565°	Mischkristall u. schnell erstarrte Schmelze
47,31	555°	Mischkristall und sehr wenig Verbindung
	565°	Mischkristall u. schnell erstarrte Schmelze

3. Die Löslichkeit des Silbers im Aluminium.

Die Löslichkeit des Silbers im Aluminium wurde bei 200°, 250°, 300°, 350°, 400°, 450°, 500°, 519°, 534° und 548° durch mikroskopische Prüfung von geglühten und abgeschreckten Proben bestimmt. Eine Bestimmung bei 100° und 150° gelang wegen der mangelnden Diffusion bei dieser Temperatur nicht, doch sind Anhaltspunkte gefunden (s. weiter unten), aus denen auf eine weitere Löslichkeitsabnahme unterhalb 200° zu schließen ist.

Um möglichst schnell den Gleichgewichtszustand bei den verschiedenen Temperaturen zu erreichen, wurden die Legierungen hinreichend lange bei hohen Temperaturen (im Gebiet der homogenen festen Lösungen) geglüht, abgeschreckt, mikroskopisch geprüft und darauf bei den beabsichtigten Temperaturen — von höheren Temperaturen kommend — angelassen. In anderen Fällen (in Temperaturgebieten hinreichend schneller Diffusion, d. h. oberhalb 300°) wurde außerdem in der Weise verfahren, daß die Legierungen durch Glühen bei hohen Temperaturen homogenisiert, darauf langsam auf die Abschrecktemperatur abgekühlt und vor dem Abschrecken eine Zeitlang bei dieser Temperatur konstant gehalten wurden. Beide Methoden bestätigten einander vollkommen, so daß dadurch die Sicherheit der gefundenen Ergebnisse erhöht wird. Einzelheiten über die Wärmebehandlung und die Ergebnisse der Gefügeuntersuchung sind der Tabelle 3 zu entnehmen.

In der Abb. 3 ist die gefundene Löslichkeitskurve wiedergegeben. Die Zustandspunkte sind nur soweit in das Schaubild eingezeichnet, als ihre Kenntnis für den Verlauf der Kurve notwendig ist. Die wahre Zahl der ermittelten Zustandspunkte sind aus der Tabelle 3 zu ersehen. Bei 200°, 250° und 300° beträgt die Genauigkeit der Löslichkeitsbestimmung 0,25%, bei höheren Temperaturen hätte diese Genauigkeit wegen der starken Löslichkeitszunahme oberhalb 400° nur durch eine bedeutend größere Anzahl Legierungen erreicht werden können. Immerhin ist die Löslichkeit zwischen 350° und 500° auf mindestens 1% Ag genau bestimmt. Von 450° bis zur eutektischen Temperatur (558°) ist die Löslichkeitskurve praktisch eine gerade Linie, die bei etwa 48% Ag in die eutektische Horizontale einmündet.

Digitized by Google

Tabelle 3. Bestimmung der Sättigungsgrenze der aluminiumreichen Mischkristalle.

Abschnitt Nr.	Abschrecktemperatur und Dauer der Glühung	Gew.-% Ag (Analyse)	Vorbehandlung	Feingefüge	Abb.
1	100° (Ölbad); 6 Wochen	0,45			—
		1,08		Homogener Mischkristall.	—
		1,47		Das Gefüge hat sich durch	—
		2,02	98 St. bei 515 ± 5° geglüht	Glühen bei 100° nicht geän-	—
		2,45	und abgeschreckt	dert: eine sichtbare Entmi-	—
		3,01		schung ist also nicht ein-	—
		3,98		getreten	—
		5,99			—
2	150° (Ölbad); 6 Wochen	0,45		Homogener Mischkristall?	—
		1,08			—
		1,47		Die Entmischung ist eingetre-	—
		2,02	98 St. bei 515 ± 5° geglüht	ten, jedoch ultramikroskopisch	—
		2,45	und abgeschreckt	klein; sie ist kenntlich am be-	—
		3,01		schleunigten und verstärkten	11
		3,98		Ätzangriff	—
		5,99			—
3	200 ± 5°; 32 Tage	0,45		Mischkristall	—
		1,08			12
		1,47	45 St. bei 537 ± 2° geglüht		13
		2,02	und abgeschreckt		—
		2,45		Mischkristall + $AlAg_2$ in Form	—
		3,01		von punktförmiger Ent-	—
		3,98		mischung	—
		5,99			—
		7,98	96 St. bei 540 bis 545° geglüht		—
		9,94	und abgeschreckt		—
		11,80			—
4	250 ± 5°; 100 Stunden	0,45	45 St. bei 537 ± 2° geglüht und	Mischkristall	—
		1,08	abgeschr., darauf 5 Tage bei	„	—
		1,47	300 ± 5° geglüht u. abgeschr.	„	—
		2,02	98 St. bei 525 bis 530° geglüht	Mischkristall + $AlAg_2$	—
		2,45	u. abgeschr., darauf 6 Tage bei	„	14
		3,01	350 ± 5° geglüht u. abgeschr.	„	—
		3,44	24 St. bei 460 ± 5° geglüht und abgeschreckt	„	—
5	300 ± 5°; 5 Tage	0,45		Mischkristall	—
	5 „	1,08		„	—
	5 „	1,47	45 St. bei 537 ± 2° geglüht	„	—
	12 „	2,02	und abgeschreckt	„	—
	12 „	2,45		„	—
	12 „	3,01		„	—
	7 „	3,44	24 St. bei 460 ± 5° geglüht und abgeschreckt	Mischkristall + $AlAg_2$	18
	12 „	3,98	wie 0,45 bis 3,01% Ag	„	—
	12 „	5,99		„	17
	12 „	7,98	96 St. bei 540 bis 545° geglüht	„	—
	12 „	9,94	und abgeschreckt	„	15 u. 16
	12 „	11,80		„	—
6	350 ± 5°; 6 Tage	2,02		Mischkristall	—
		2,45		„	—
		3,01		„	—
		3,98	98 St. bei 525 bis 530° geglüht	„	—
		5,99	und abgeschreckt	„	—
		7,98		Mischkristall + $AlAg_2$	19
		11,80		„	—
7	400 ± 5°; 2 Tage	2,02		Mischkristall	—
		2,45		„	—
		3,01		„	—
		3,98	98 St. bei 525 bis 530° geglüht	„	—
		5,99	und abgeschreckt	„	—
		7,98		„	—
		9,94		„	—
		11,80		Mischkr. + sehr wenig $AlAg_2$	
	395°; in 24 Std. von 520°	7,98		Mischkristall	
	auf 395° abgekühlt und	9,94	96 St. bei 540 bis 545° geglüht	„	
	abgeschreckt	11,80	und abgeschreckt	„	

Digitized by Google

Tabelle 3 (Fortsetzung).

Abschnitt Nr.	Abschrecktemperatur und Dauer der Glühung	Gew.-% Ag (Analyse)	Vorbehandlung	Feingefüge	Abb.
7	394°; von 500° langsam auf 394° abgekühlt, 2 St. konstant gehalten und abgeschreckt	7,98	48 St. bei 505 bis 510° geglüht, auf 500° abgekühlt und abgeschreckt	Mischkristall	—
		9,94		,,	—
		11,80		Mischkr. + sehr wenig $AlAg_2$	—
		13,84		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		15,62		,,	—
		17,69		,,	20
8	446°; 94 St. bei 530 ± 5° geglüht, in 6 St. auf 446° abgekühlt und abgeschreckt	7,98	keine	Mischkristall	—
		9,94		,,	—
		11,80		,,	—
		13,84		,,	—
		15,62		,,	—
		17,69		,,	—
		19,51		,,	—
		21,15		Mischkr. + sehr wenig $AlAg_2$	—
		23,69		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		25,81		,,	—
		27,82		,,	—
		29,79		,,	—
	450°; 60 St. bei 500 ± 5° geglüht, in 10 St. auf 450° abgekühlt und abgeschreckt	15,62	keine	Mischkristall	—
		17,69		,,	—
		19,51		,,	—
		21,15		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		23,69		,,	—
		25,81		,,	—
		27,82		,,	—
	448°; von 500° auf 448° abgeglüht, 1½ St. konstant gehalten und abgeschreckt	19,51	48 St. bei 505 bis 510° geglüht und abgeschreckt	Mischkristall	—
		21,15		Mischkr. + sehr wenig $AlAg_2$	—
		23,69		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		25,81		,,	—
		27,82		,,	—
		29,79		,,	21
9	500°; 48 St. bei 505 bis 510° geglüht, auf 500° abgekühlt und abgeschreckt	7,98	98 St. bei 515 ± 5° geglüht und abgeschreckt		—
		9,94			—
		11,80			—
		13,84	keine	Homogener Mischkristall	—
		15,62			—
		17,69			—
		19,51			—
		21,15			—
		23,69			—
		25,81			—
		27,82			—
		29,79			—
	498°; in 2 St. von 540° auf 500° abgekühlt, 2½ St. konstant gehalten und abgeschreckt	32,90	29 St. bei 545 bis 550° geglüht (die letzten 2 St. nicht unter 548°) und abgeschreckt	Mischkristall	—
		35,81			—
		39,00			—
		41,87		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		44,64			—
		47,31			—
	495 ± 5°; 24 St.	32,90	keine	Mischkristall	—
		35,81			—
		39,00			—
		41,87		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		44,64			—
		47,31			—
10	519°; 2 St.	32,90	keine	Mischkristall	—
		35,81		,,	—
		39,00		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		41,87		,,	—
11	534°; 4 St.	32,90	keine	Mischkristall	—
		35,81		,,	—
		39,00		,,	—
		41,87		Mischkristall + $AlAg_2$	10

Digitized by Google

Tabelle 3 (Fortsetzung).

Abschnitt Nr.	Abschrecktemperatur und Dauer der Glühung	Gew.-% Ag (Analyse)	Vorbehandlung	Feingefüge	Abb.
12	548°; 29 St. bei 545 bis 550° geglüht (die letzten 2 St. nicht unter 548°)	32,90	keine	Mischkristall	—
		35,81		„	—
		39,00		„	—
		41,87		„	—
		44,64		Mischkr. + sehr wenig $AlAg_2$	—
		47,31		„	—
13	515 ± 5°; 98 St.	0,45 bis 5,99	keine	Homogener Mischkristall	9
	525 bis 530°; 98 St.	2,02 bis 11,80			—
	537 ± 2°; 45 St.	0,45 bis 3,90			—
	540 bis 545°; 96 St.	5,99 bis 11,80			—
	505 bis 510°; 48 St.	7,98 bis 29,79			—
14	Raumtemperatur; in 60 St. von 535° auf Raumtemperatur abgekühlt	0,45	40 St. bei 535 ± 5° geglüht	Mischkristall[1]	—
		1,08		„	—
		1,47		„	—
		2,02		„	—
		2,45		„	—
		3,01		Mischkristall + $AlAg_2$	—
		3,98		„	—
		5,99		„	—
		7,98		„	—
		9,94		„	—
		11,80		„	—
15	Gußzustand (kalte Eisenkokille)	0,45 bis 27,82	—	zoniger Mischkristall	4 u. 5
		29,79 bis 47,31	—	zoniger Mischkristall + $AlAg_2$	6

Die Löslichkeit des Silbers im Aluminium nimmt mit steigender Temperatur außerordentlich stark zu. Eine derartig große Löslichkeitsänderung (um nahezu das Hundertfache) ist bisher in metallischen Systemen noch nicht beobachtet worden. In Abb. 1 ist ein Teil der Löslichkeitskurve in das Petrenkosche Schaubild eingezeichnet. Die Untersuchung hat weiter zu der überraschenden Tatsache geführt, daß bei höheren Temperaturen nach Zink[2] Silber am stärksten im Aluminium löslich ist. Die Löslichkeit bei Raumtemperatur bleibt dagegen weit hinter der des Zinks zurück und entspricht etwa der Löslichkeit des Kupfers, die nach E. H. Dix und H. H. Richardson[3] bei 200° 0,5% Cu, bei der eutektischen Temperatur 548° dagegen nur 5,6% Cu beträgt.

4. Das mikroskopische Gefüge.

Die Gegenwart der Verunreinigungen im Aluminium war in keinem Falle störend, da die Art der Ausscheidung der Verbindung $AlAg_2$, selbst wenn die Verbindung in sehr geringen Mengen vorhanden war, keinen Zweifel darüber ließ, ob sich eine Legierung innerhalb oder außerhalb des Zustandsfeldes der aluminiumreichen Mischkristalle befand. Bei den bei 200°, 250° und 300° angelassenen Legierungen lag die Verbindung infolge der „zwangsweise" eingeleiteten Entmischung in Form sehr kleiner, über das ganze Korn fein verteilter Kriställchen vor, deren Größe naturgemäß von der Glühtemperatur und Glühdauer abhängt. In den von hohen Temperaturen auf die Abschrecktemperatur abgekühlten Legierungen konnte sich dagegen die Verbindung in Form größerer, verschieden orientierter Nadeln ausscheiden. Bei größeren Verbindungskristallen war eine Verwechslung mit den Eisen-Silizium-Verunreinigungen schon durch die charakteristische silberweiße Färbung der Verbindung $AlAg_2$ ausgeschlossen. Nachfolgend sollen einige Gefügebilder besprochen werden[1].

Die in kalte Kokille gegossenen Legierungen mit Silbergehalten unter etwa 30% bestanden aus stark inhomogenen Mischkristallen. Durch die Abschreckwirkung der Kokille wurde also die Entmischung (Überschreiten der Löslichkeitskurve) unterdrückt. Abb. 4 zeigt das Gefüge einer solchen Legierung. In den zuletzt erstarrten silberreichen Zonen sind die Verunreinigungen des Aluminiums ausgeschieden. Die Stärke der Zonenbildung nimmt naturgemäß mit kleiner werdendem Unterschied in der Zusammensetzung zwischen zuerst

[1] In den Legierungen mit 0,45 bis 2,45% Ag trat wegen mangelnder Diffusion bei den Temperaturen des Beginns der Entmischung keine Ausscheidung der Verbindung ein.

[2] D. Hanson und M. L. V. Gayler: J. Inst. Metals Bd. 27, S. 267—294. 1922; T. Tanabe: Ebenda Bd. 32, S. 415—452. 1924; J. Isihara: Ebenda Bd. 33, S. 73—89. 1925.

[3] E. H. Dix und H. H. Richardson: Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng. Bd. 73, S. 560—579. 1926.

[1] Da die Bezeichnung der Abbildungen in der letzten Spalte der Tabelle 3 angegeben ist, sind die genauen Wärmebehandlungen dieser Tabelle zu entnehmen.

Digitized by Google

ausgeschiedenem Mischkristall und übriggebliebener Schmelze ab (Abb. 5). Auch in Abb. 5 sind die Verunreinigungen an den Korngrenzen deutlich zu erkennen. Die Legierungen mit 32,9% und mehr Ag enthielten im gegossenen Zustande geringe Anteile der hellen Verbindung $AlAg_2$, doch in bedeutend geringerer Menge als dem Gleichgewicht entspricht (Abb. 6). Größere Verbindungskristalle sind in der Abb. 7 zu sehen. Diese Legierung war langsam aus dem Schmelzfluß abgekühlt (Abkühlungskurve), so daß auch die Entmischung nach vollendeter Erstarrung eintreten konnte. Bei starker Vergrößerung erkennt man nämlich, daß die grauen Flächen der Abb. 7 aus zahllosen winzigen Nadeln der Verbindung bestehen.

Abb. 8 gibt das typische Gefüge einer Legierung wieder, die bei Temperaturen oberhalb des Beginns des Schmelzens abgeschreckt wurde.

Abb. 9 ist bezeichnend für das Gefüge aller Legierungen, die im Gebiet der aluminiumreichen Mischkristalle abgeschreckt wurden. Die Verunreinigungen

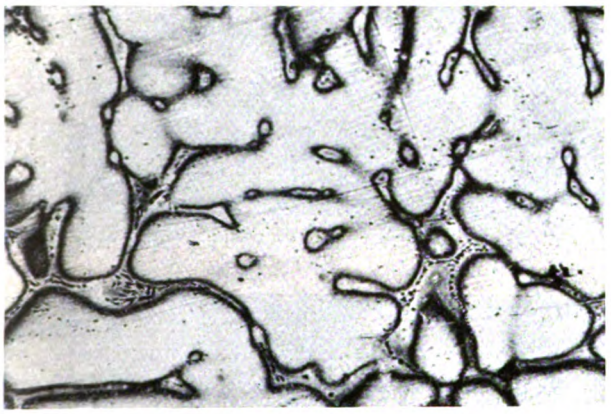


Abb. 4. 17,69% Ag. In kalte Kokille gegossen. $v = 300$.

sind durch das Schmieden vorwiegend zeilenförmig in dem rekristallisierten Mischkristallgefüge angeordnet.

Um zu zeigen, daß die Löslichkeit des Silbers tatsächlich sehr hohe Werte erreicht, ist Abb. 10 wiedergegeben. Die hier noch vorhandenen geringen Mengen der Verbindung sind durch Anlaufen an der Luft dunkelgefärbt.

Die Abb. 11 bis 21 sollen die verschiedene Art der Ausscheidung der Verbindung nach verschiedenen Wärmebehandlungen veranschaulichen. Durch Anlassen bei 100° der bei 515° abgeschreckten Legierungen mit 0,45 bis 5,99% Ag gelang es wegen der mangelnden Diffusion bei dieser Temperatur nicht, eine mikroskopisch sichtbare Entmischung zu bewirken — wenigstens nicht nach 6wöchiger Glühdauer. Die Proben verhielten sich beim Ätzen genau so wie vor dem Anlassen. Nach 6wöchiger Glühung bei 150° war dagegen eine bedeutend stärkere Angreifbarkeit durch das Ätzmittel festzustellen[1]. Die Schliffe liefen sofort nach dem Eintauchen in das Ätzmittel an und hatten das in Abb. 11 wiedergegebene Aussehen. Selbst bei mehr als 1000facher Vergrößerung waren ausgeschiedene Verbindungspartikel nicht zu erkennen. Der offenbar durch Lokalelementwirkung (infolge feindisperser Ausscheidung der Verbindung) hervorgerufene beschleunigte Ätzangriff ist auch von O. Dahl[1] an gealterten Cu-Mg-, Cu-Mg-Sn- und Cu-Be-Legierungen beobachtet worden. Die Legierung mit 0,45% Ag zeigte ein etwas abweichendes Verhalten, da sie bei 150° natürlich sehr wenig — wenn überhaupt — Verbindung enthalten kann. Es ist also auf diesem Wege nicht möglich, zu entscheiden, ob unterhalb 200° die Löslichkeit des Silbers weiter fällt. Da bei dieser Legierung jedoch nach dem Altern bei 100° und 150° eine kleine, aber deutliche Härtesteigerung[2] festgestellt werden konnte, so ist mit großer Wahrscheinlichkeit anzunehmen, daß die Sättigungsgrenze bei Raumtemperatur unter 0,45% Ag liegt.

Die Abb. 12 und 13 zeigen das Gefüge von Legierungen nach 32tägigem Glühen bei $200 \pm 5°$. Während die Legierung mit 0,45% Ag nach dieser Behandlung noch einwandfrei als homogen zu erkennen war, hatten sich in der Legierung mit 1,08% Ag kleine Verbindungskristalle ausgeschieden, die schon bei ziemlich schwachen

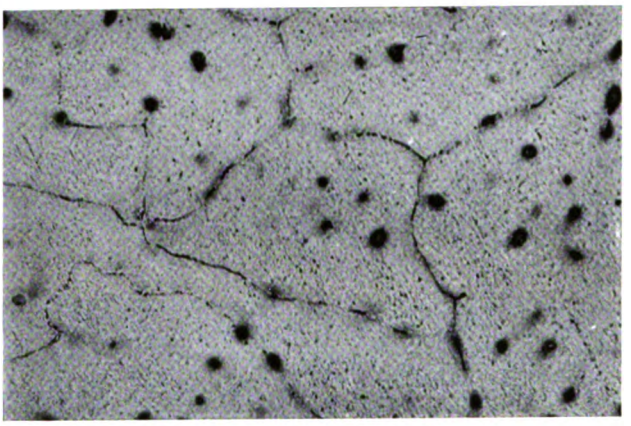


Abb. 5. 7,98% Ag. In kalte Kokille gegossen. $v = 300$.

Vergrößerungen deutlich zu erkennen sind (Abb. 12). In den silberreicheren Legierungen ist die Zahl der Teilchen so groß, daß das Gefüge bei schwachen Vergrößerungen das Aussehen einer aufgerauhten Fläche hat. Bei stärkerer Vergrößerung sind dagegen die ausgeschiedenen Teilchen zu erkennen und von den Kristallen der Verunreinigung zu unterscheiden (Abb. 13).

Nach dem Anlassen bei 250° und höheren Temperaturen haben die Verbindungskristalle schon die typische nadelige Form angenommen (Abb. 14); in silberreicheren Legierungen ist jedoch bei derselben Vergrößerung diese Art der Ausscheidung nicht deutlich zu erkennen (Abb. 15), wohl aber bei höheren Vergrößerungen (Abb. 16 und 17). In der Abb. 17 sind die Verunreinigungen ebenfalls gut zu unterscheiden.

Die in Abb. 18 und 19 wiedergegebenen Bilder gehören Legierungen an, die im heterogenen Gebiet nahe der Löslichkeitsgrenze liegen. Die an Silbergehalt jeweils niederen Legierungen mit 3,01 bzw. 5,99% Ag waren homogen wie Abb. 9.

[1] Nach 3 Wochen bei 150° war noch keine Veränderung festzustellen.

[1] O. Dahl: Wiss. Veröff. Siemenskonzern Bd. 6/1, S. 222 bis 234. 1927; Z. Metallkunde Bd. 20, S. 22—24. 1928.

[2] M. Hansen: Naturwissenschaften Bd. 16, S. 417—419. 1928.

Digitized by Google

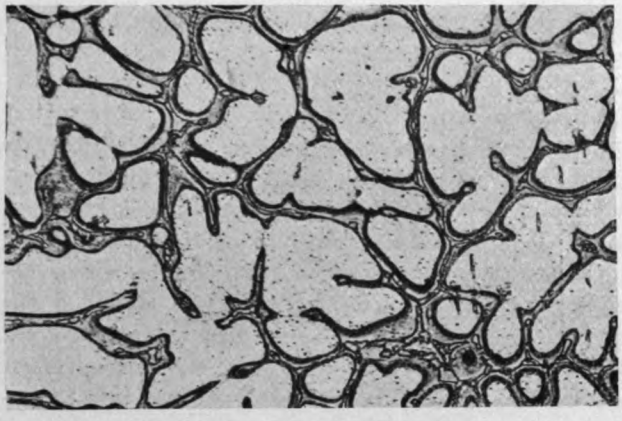


Abb. 6. 32,90% Ag. In kalte Kokille gegossen. $v = 300$.

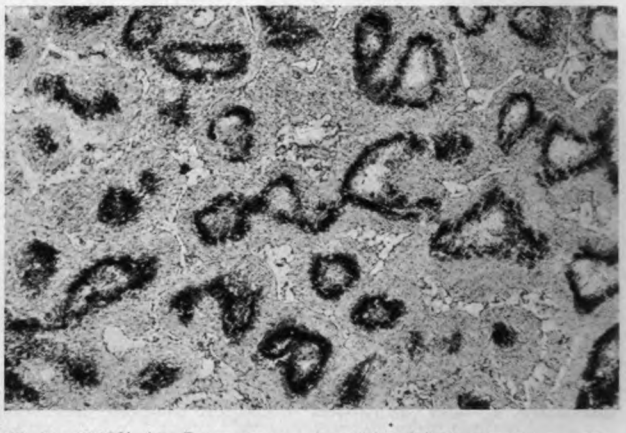


Abb. 7. 47,31% Ag. Langsam aus dem Schmelzfluß erstarrt. $v = 100$.

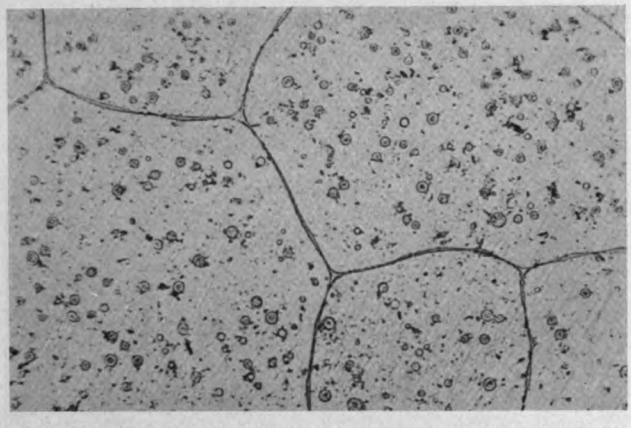


Abb. 8. 29,79% Ag. Bei 580° abgeschreckt. $v = 200$ (vgl. Tabelle 2).

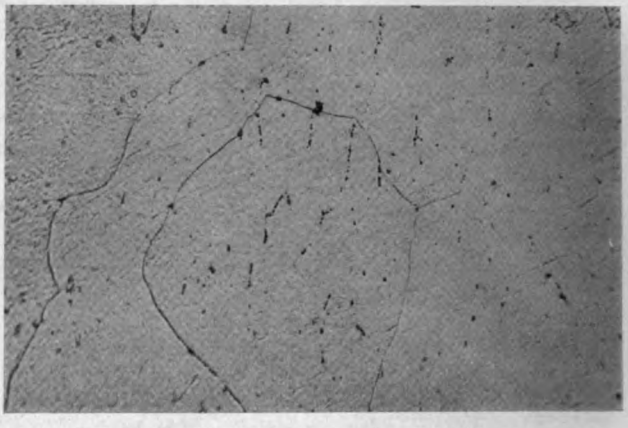


Abb. 9. 9,94% Ag. 98 St. bei 515 ± 5° geglüht und abgeschreckt. $v = 200$.

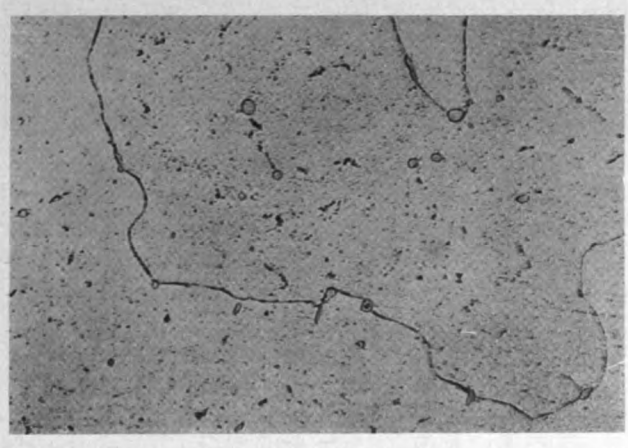


Abb. 10. 41,87% Ag. 4 St. bei 534° geglüht und abgeschreckt. $v = 300$.

Abb. 11. 3,01% Ag. Wie Abb. 9 und darauf 6 Wochen bei 150° geglüht. $v = 200$.

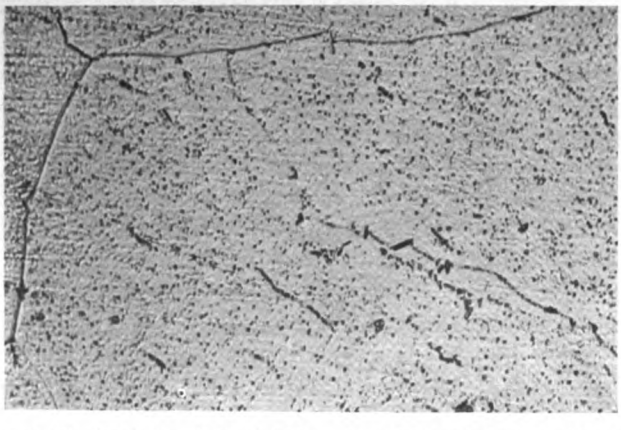


Abb. 12. 1,08% Ag. 45 St. bei 537 ± 2° geglüht und abgeschreckt und darauf 32 Tage bei 200 ± 5° geglüht und abgeschreckt. $v = 300$.

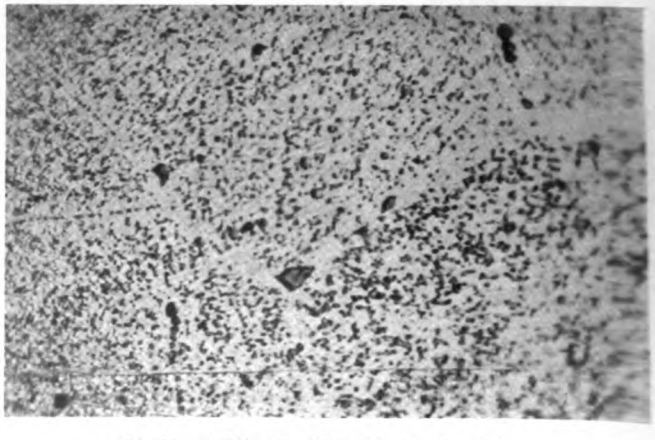


Abb. 13. 1,47% Ag. Wie Abb. 12. $v = 800$.

Digitized by Google

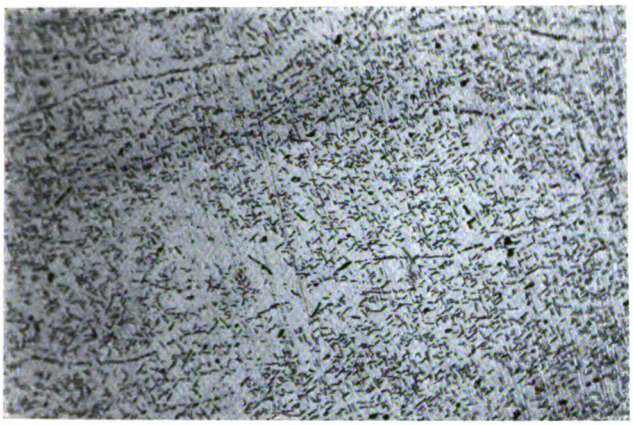


Abb. 14. **2,45%** Ag. 100 St. bei 250 ± 5° geglüht und abgeschreckt. (Siehe Tab. 3, Abschn. 4.) $v = 200$.

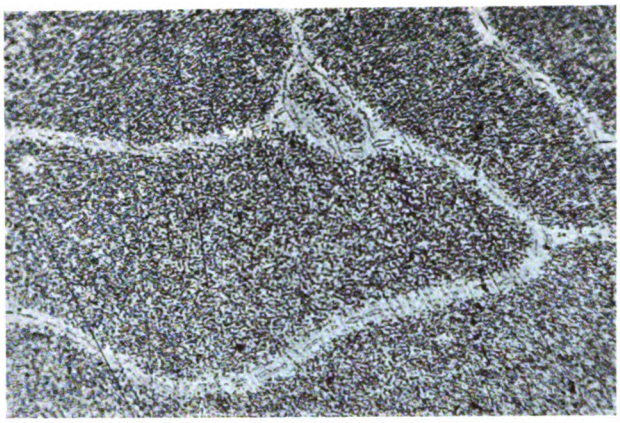


Abb. 15. 9,94% Ag. 96 St. bei 540 bis 545° geglüht und abgeschreckt und darauf 12 Tage bei 300 ± 5° geglüht und abgeschreckt. $v = 200$.

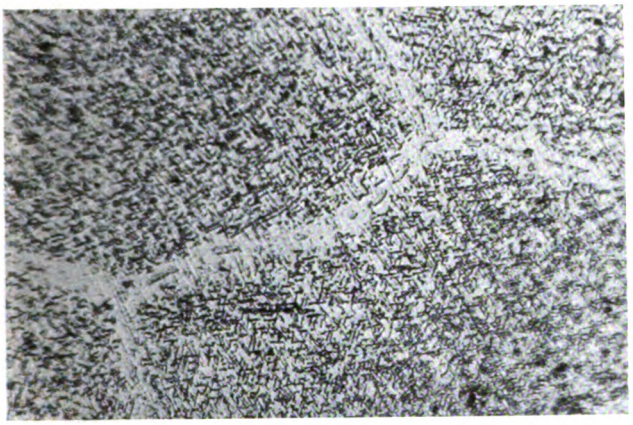


Abb. 16. 9,94% Ag. Wie Abb. 15. $v = 400$.

Abb. 17. 5,99% Ag. Wie Abb. 15. $v = 800$.

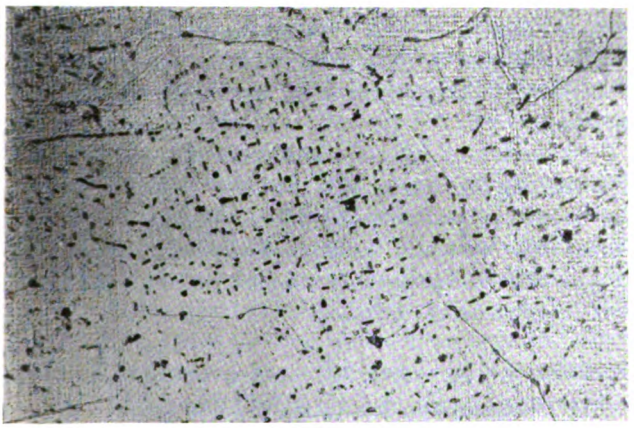


Abb. 18. 3,44% Ag. Wie Abb. 15, jedoch nur 7 Tage bei 300 ± 5° geglüht. $v = 200$.

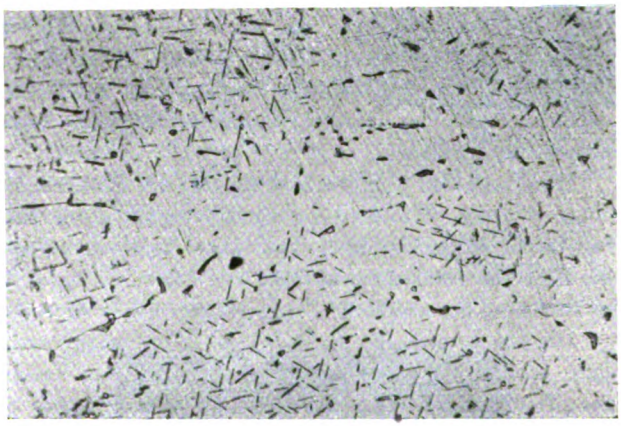


Abb. 19. 7,98% Ag. 98 St. bei 525° bis 530° geglüht und abgeschreckt und darauf 6 Tage bei 350 ± 5° geglüht und abgeschreckt. $v = 200$.

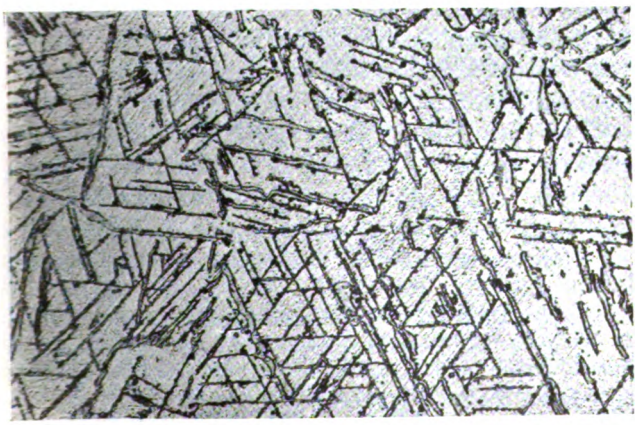


Abb. 20. **17,69% Ag.** Behandlung siehe Tab. 3, Abschn. 7. $v = 200$.

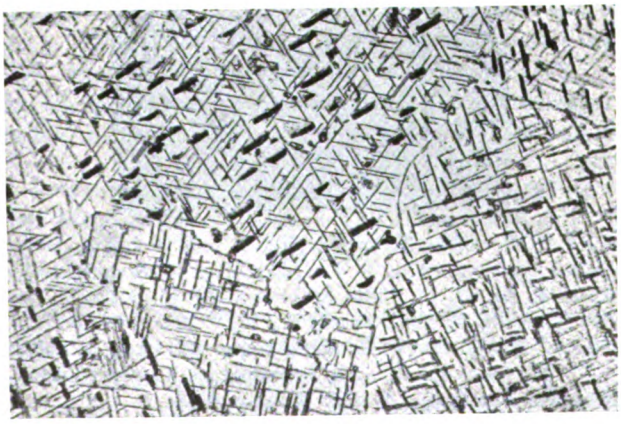


Abb. 21. 29,79% Ag. Behandlung siehe Tab. 3, Abschn. 8. $v = 200$.

Digitized by Google

Größere und zahlreichere Verbindungskristalle sind in den Abb. 20 und 21 zu sehen. Diese Abbildungen sind für alle oberhalb 400° im heterogenen Gebiet abgeschreckten und für die langsam von hohen Temperaturen abgekühlten Legierungen bezeichnend.

Zusammenfassung.

Das Gleichgewichtsschaubild der Silber-Aluminium-Legierungen im Bereich von 0 bis 60% Ag wurde ausgearbeitet. Die Kurve des Beginns der Erstarrung und die eutektische Temperatur wurden thermisch bestimmt, die Kurven des Endes der Erstarrung und die Löslichkeitskurve des Silbers im Aluminium wurden mikroskopisch festgelegt. Die Löslichkeit des Silbers nimmt von 0,75% Ag bei 200° auf etwa 48% Ag bei der eutektischen Temperatur 558° zu und beträgt bei 250° bzw. 300°, 350°, 400°, 450° und 500° 1,75% bzw. 3,25%, etwa 6,5%, 12%, 21% und 33% Ag. Unterhalb 200° nimmt die Löslichkeit — wie wohl aus Härtungsversuchen gefolgert werden kann — wahrscheinlich noch weiter ab, so daß die Sättigungsgrenze bei Raumtemperatur unter 0,5% Ag liegt.

Der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft sei für die Unterstützung der Untersuchung durch Überlassung von Apparaten herzlich gedankt.

Zur Entstehung des Gußgefüges.

Von Frhrn. v. **Göler** und **G. Sachs**[1].

Die Eigenschaften eines Gußstückes hängen von seinem Aufbau ab, d. h. von der Kristallausbildung, der Anordnung der Verunreinigungen und Undichtigkeiten[2]. Diese letzteren sind aber von der Kristallausbildung nicht unabhängig, oder sie hängen wenigstens von den gleichen Faktoren ab, so daß das Gefügebild eines Gußstückes bis zu einem gewissen Grad auch über seine Eigenschaften Aufschluß gibt. Besonders in letzter Zeit hat man vielfach eine Verbesserung der Eigenschaften durch planmäßige Beeinflussung des Gefüges zu erreichen versucht[3].

Von diesem Gesichtspunkt aus hat die Erkenntnis der Gesetze, denen die Kristallausbildung unterliegt, eine große praktische Bedeutung. Über die Gesetze der Erstarrung wissen wir heute jedoch nur äußerst wenig. In welcher Weise die durch Größe, Gestalt, Orientierung und Anordnung der Kristalle mannigfaltig unterschiedenen Gefügebilder zustande kommen, ist bisher kaum untersucht worden.

Die Frage der Gefügeausbildung ist ein Problem der Wärmeleitung. Während der Erstarrung ist die Grenze fest-flüssig stets eine Fläche konstanter Temperatur, und die Kristalle wachsen senkrecht zu dieser Fläche, d. h. in Richtung des stärksten Temperaturgefälles weiter[4].

Die mathematische Aufgabe, die Temperaturverteilung und insbesondere die jeweilige Lage der Erstarrungsfläche und der Linien des Temperaturgefälles zu berechnen, bietet erhebliche mathematische Schwierigkeiten und ist bisher selbst in einfachen Fällen nur unter Vernachlässigungen lösbar, die für die vorliegende Aufgabe unzulässig sind[5].

Für die hauptsächlich in Frage kommenden Fälle zylindrischer und prismatischer Güsse gibt es jedoch eine Reihe Möglichkeiten, aus Versuchen über den Verlauf der Erstarrung und des Kristallwachstums einige Regeln abzuleiten. Wir beschränken uns im folgenden auf Bedingungen, bei denen der Mantel des Gusses an allen Stellen auf gleicher Temperatur gehalten wird. Dieser einfachste Fall wird sich zwar nicht vollständig verwirklichen lassen, da der Guß sich einerseits infolge Wärmezusammenziehung und Schrumpfung von der Kokille loslöst, und anderseits die Gußoberfläche ungleichmäßige Temperatur haben wird. Die Versuche zeigen jedoch, daß die dadurch bedingten Störungen in der Gefügeausbildung gering sein müssen, da das Ergebnis von den Versuchsbedingungen wenig beeinflußt wird.

Ist die Frage einmal für diesen einfachsten Fall so weit gelöst, daß die Gefügeausbildung für jeden irgendwie gestalteten Körper vorausgesagt werden kann, so dürfte es keine Schwierigkeiten bilden, qualitativ auch den Einfluß ungleichmäßiger Abkühlung zu berücksichtigen.

Die erste Aufgabe, die wir uns nun stellen, ist die Feststellung der Beziehungen zwischen dem Querschnitt der Gußform und der Kristallausbildung. In welcher Weise diese weiterhin durch die Gußtemperatur und die Abkühlungsbedingungen bestimmt wird, sei einer späteren Untersuchung vorbehalten.

Gießversuche mit verschiedenartig gestalteten Kokillen.

In Güssen treten häufig strahlige Kristalle[1] auf, die bis zu einem gewissen Grade über den Erstarrungsverlauf Auskunft geben. Die Längsrichtung der strahligen Kristalle muß nämlich an jeder Stelle senkrecht auf der augenblicklichen Erstarrungsfläche stehen; das Wachstum erfolgt also in Richtung des Temperaturgefälles, das auch den Wärmestrom bestimmt. Denn wie sich geometrisch leicht zeigen läßt, schreiten gleich schnell nebeneinander wachsende Kristalle in Richtung des Wärmestroms fort, ohne sich gegenseitig zu verdrängen[2]. Wenn letzteres trotzdem häufig zu beobachten ist, so sind hierfür Unterschiede in den Wachstumsgeschwindigkeiten

---

[1] Original: Z. V. d. I. Bd. 71, S. 1353. 1927.

[2] O. Bauer und G. Sachs: Metall Erz Bd. 25, S. 154. 1927.

[3] A. W. und H. Brearley: Blöcke und Kokillen. Berlin: Julius Springer 1926; F. Leitner: Ber. Werkstoffausschuß V. d. E. Nr. 57, 77. 1925; Stahleisen Bd. 46, S. 525ff. 1926; W. Wunder: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 275. 1927; P. Siebe und L. Katterbach: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 177. 1927.

[4] W. Rosenhain: An Introduction to the Study of Physical Metallurgy, S. 286. London 1916.

[5] Riemann-Weber: Partielle Differentialgleichungen, Bd. II, S. 117. 1912.

[1] Vgl. J. Czochralski: Moderne Metallkunde. Berlin 1924.

[2] Vgl. A. Schubnikow und G. Lämmlein: Z. Krist. Bd. 65, S. 297. 1927. Den umgekehrten Fall, daß ein schneller wachsender Kristall in einer Röhre alle anderen verdrängt, behandeln R. Groß und H. Möller: Z. Phys. Bd. 19, S. 375. 1923.

Digitized by Google

der in der Regel verschieden gerichteten Kristalle oder Unregelmäßigkeiten im Erstarrungsvorgang verantwortlich zu machen.

Die strahlige Gefügeausbildung gibt also Aufschluß über das Fortschreiten der Erstarrung im Guß.

Es ist auch von einigem praktischen Wert, die Gesetze der strahligen Gefügeausbildung zu kennen. Denn das Auftreten strahliger Kristalle fürchtet der Betriebsingenieur wegen der damit häufig verbundenen schlechten Weiterverarbeitbarkeit der Güsse[1]. Dies beruht wohl hauptsächlich auf der ungünstigen Verteilung von Verunreinigungen und Hohlräumen in solchen Güssen. Durch entsprechende Gestaltung der Gußformen und Beeinflussung der Temperaturverteilung auf andre Weise sucht man bisweilen diese Fehler zu verringern.

Unter welchen Umständen strahlige Kristalle entstehen, ist bisher nicht geklärt; jedenfalls werden sie nach äußerlich sehr verschiedenen Abkühlungsbedingungen beobachtet. Dies ist an sich nicht besonders verwunderlich, da ja die Kristallausbildung allein vom Verlauf der Erstarrung abhängen muß, nicht aber von den Temperaturverhältnissen vor und nach der Erstarrung. Eine Untersuchung der genauen Zusammenhänge ist in einer späteren Arbeit vorgesehen.

Die Ausbildung des Gefüges wurde nun an einer Reihe von Zinkgüssen verfolgt, die in kleinen Kokillen aus verschiedenartig gestaltetem Messingrohr von 1 mm Wanddicke hergestellt wurden. Die Kokillen wurden mit der Schmelze gefüllt und nach 10 bis 15 Sekunden in kaltes Wasser gestellt, so daß die Temperatur der äußeren Messingwand zwischen 20 und 50° angenommen werden kann.

Bei einigen Vorversuchen ergab sich, daß nur in einem engen mittleren Bereich der Gießtemperatur ein durchgängig strahliges Gefüge erreicht werden konnte, das eigenartigerweise häufig sehr grob ausfiel. Bei Gießtemperaturen, die gerade ausreichten, um den größten Teil der Schmelze bis zum Eintauchen ins Wasser flüssig zu erhalten, fielen die Kristalle verhältnismäßig klein aus mit Andeutungen strahliger Gestalt, Abb. 15; bei hohen Gießtemperaturen war meist nur der Rand strahlig ausgebildet, während die Mitte feinkörnig ausfiel, Abb. 9.

Die Versuche waren nicht eingehend genug, um bei jeder Kokillenform die für die Ausbildung strahliger Kristalle günstige Gießtemperatur zu erkennen. Im allgemeinen erwies es sich als ausreichend, bei Kokillen von großem Querschnitt bei etwa 525° bis 550°, bei kleinem Querschnitt bis 600° hinauf zu vergießen. Bei dünnwandigen Kokillen (0,5 mm Wanddicke) konnte bis 450° hinabgegangen werden. Auf diese Weise wurde eine Anzahl von Güssen hergestellt, und von ihnen Querschnitte angeätzt[2], von denen einige in Abb. 1 und f wiedergegeben sind.

[1] A. W. und H. Brearley: Blöcke und Kokillen, S. 4ff.; W. Wunder: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 275. 1927; J. Czochralski: Z. Metallkunde Bd. 18, S. 1ff. 1926; E. Seidl und E. Schiebold: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 221ff. 1925; Bd. 18, S. 241ff. 1926; O. Bauer und G. Sachs: Metall Erz Bd. 25, S. 154. 1927; P. Siebe und L. Katterbach: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 177. 1927.

[2] Abwechselnd mit Lösung mit 20% $CuCl_2$ und Salzsäure (20%).

Wir können nun diesen Abbildungen einige Regeln über die Abhängigkeit der Gefügeausbildung vom Querschnitt der Kokille entnehmen.

Abb. 1. Querschnitt eines zylindrischen Zinkgusses. (Gegossen bei 540°; geätzt mit Kupferchlorid und Salzsäure; 1,9mal vergr.)

Beim Kreis-Querschnitt, Abb. 1, ist die radiale Aufwachsung der Kristalle selbstverständlich; diese Ausbildung folgt einfach aus der Rotationssymmetrie des Querschnitts. In Wirklichkeit fällt allerdings das Gefügebild stets etwas ungleichmäßig aus; wohl infolge des verstärkten Wettstreites, den die allmähliche Verjüngung der Kristalle nach innen zu erweckt, bilden sich einige Kristalle auf Kosten der andern besonders stark aus.

Ebenso einfach ist der Fall einer unendlich ausgedehnten planparallelen Platte, wie sie etwa durch den mittleren Teil eines flachen rechteckigen Querschnitts, Abb. 2, verwirklicht wird. Auf jeder der beiden ebenen Begrenzungsflächen wachsen die Kristalle senkrecht auf und treffen sich schließlich in der Mitte in einer scharfen Trennungslinie.

Abb. 2. Ausschnitt aus dem Querschnitt einer Zinkplatte. (Gegossen bei 525°; 2,8mal vergr.)

Um die Gefügeausbildung der übrigen Querschnittformen klar zu erkennen, erscheint es zweckmäßig, die Begrenzungsfläche in einfach gestaltete Formen aufzulösen und zunächst diese zu betrachten. Das Gefügebild ergibt sich dann stets mit guter Annäherung durch einfache Zusammensetzung dieser Grundformen.

Abb. 3. Zinkguß mit dreieckigem Querschnitt. (Gegossen bei 550°; 1,9mal vergr.)

Bei Kreisstücken, Abb. 8 und 9, wachsen die Kristalle ganz wie bei rundem Querschnitt radial auf und treffen sich im Mittelpunkt.

Ausspringende Ecken, vgl. Abb. 3 u. f., bilden sich fast so aus, als ob die Kristalle auf den beiden

Digitized by Google

ebenen Begrenzungen ganz ungestört voneinander aufwachsen. In den Winkelhalbierenden treffen sich die Kristalle und bilden diese als scharfe Trennungslinie aus. In nächster Nähe der Trennungslinie biegen die Kristalle meist etwas nach innen zu ab; und in Richtung der Winkelhalbierenden wächst häufig ein Kristall. Ist die Ecke nicht scharf, sondern abgerundet, wie etwa in Abb. 8 und 9, so kann sie aus Kreisstück und Eckenstumpf zusammengesetzt werden.

Alle Querschnitte aus gleichseitigen Vielecken, Dreieck, Abb. 3, Quadrat, Abb. 4, Sechseck, Abb. 5, Achteck, Abb. 6 usw., bestehen also aus einer entsprechenden Zahl von Sektoren, in denen die Kristalle senkrecht auf den Begrenzungsflächen aufgewachsen sind. Das gleiche gilt wenig verändert für Vielecke mit ein- und ausspringenden Seiten, Abb. 7 bis 9.

Das Rechteck, Abb. 10, kann aus Platte und Winkeln, die Ellipse aus Platte und Kreisbögen zusammengesetzt werden.

Abb. 4. Zinkguß mit quadratischem Querschnitt. (Gegossen bei 525°; 1,9mal vergr.)

Abb. 5. Zinkguß mit sechseckigem Querschnitt. (Gegossen bei 540°; 1,9mal vergr.)

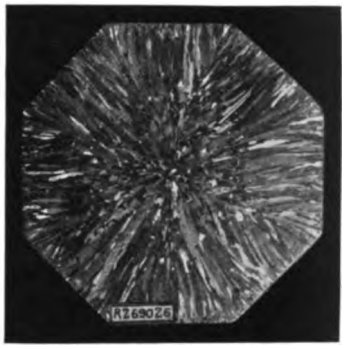
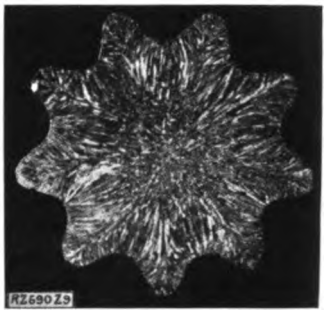


Abb. 6. Zinkguß mit achteckigem Querschnitt. (Gegossen bei 525°; 1,9mal vergr.)

Gegossen bei 525°.

Gegossen bei 530°.



Gegossen bei 600°.

Abb. 7 bis 9. Zinkgüsse mit sternförmigen Querschnitten (1,9mal vergr.).

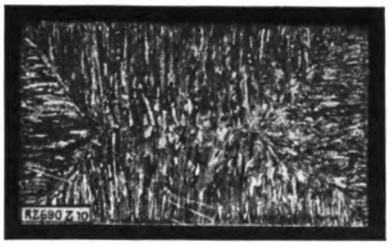


Abb. 10. Zinkguß mit rechteckigem Querschnitt. (Gegossen bei 525°; 1,9mal vergr.)

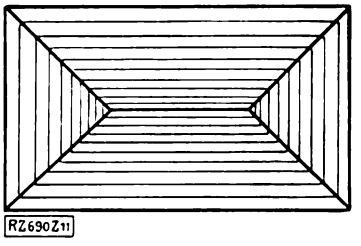


Abb. 11. Fortschreiten der Erstarrung in einem Guß mit rechteckigem Querschnitt.

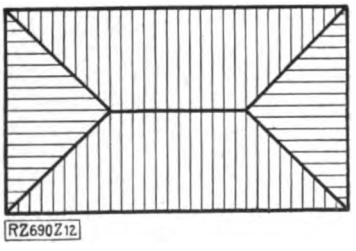


Abb. 12. Ideale Kristallausbildung in einem Guß mit rechteckigem Querschnitt.

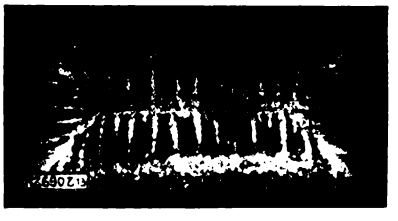


Abb. 13. Fließfiguren in einem verdrillten Eisenflachstab. (Nach Bader und Nádai.)

Die Gefügeausbildung der bis hierher behandelten Querschnitte läßt sich nun in einfacher Weise konstruktiv verfolgen, womit gleichzeitig gewisse Aussagen über den Erstarrungsvorgang verknüpft sind. Nach einer bestimmten Zeit, z. B. 1 Sekunde, nach dem Abschrecken des Gusses, hat sich nämlich auf den Kokillenwandungen überall eine feste Schicht von annähernd gleicher Dicke gebildet. Diese behält also die geraden Kanten des Querschnitts, z. B. eines Rechtecks, Abb. 10, fast un-

Digitized by Google

verändert bei. A. W. und H. Brearley haben diese Tatsache durch Gießversuche mit Stearin unmittelbar nachgewiesen[1]. Trägt man nun eine Anzahl solcher Schichten entsprechend Abb. 11 bei irgendeinem Querschnitt ein, verbindet die entstehenden scharfen Ecken durch Trennungslinien und errichtet entsprechend Abb. 12 auf den Begrenzungslinien Senkrechte, so ergibt sich eine weitgehende Übereinstimmung zwischen Konstruktion, Abb. 12 und Versuch, Abb. 10.

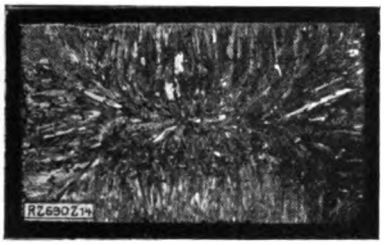


Abb. 14. Zinkguß mit krummlinigem Kristallwachstum. (Gegossen bei 525°; 1,9mal vergr.)

sowie auch den sternförmigen Querschnitten, Abb. 7 bis 9, sind die Trennungslinien meist scharf ausgeprägt. Die durch diese Zeichnungen aufgedeckten Wachstumsgesetze sind auch offenbar nicht an die Ausbildung von langen, strahligen Kristallen gebunden; denn selbst im Fall eines feinkörnigen Gefüges kann man, wie z. B. in

Abb. 15. Feinkörniger Zinkguß. (Gegossen bei 500° C; 1,9mal vergr.)

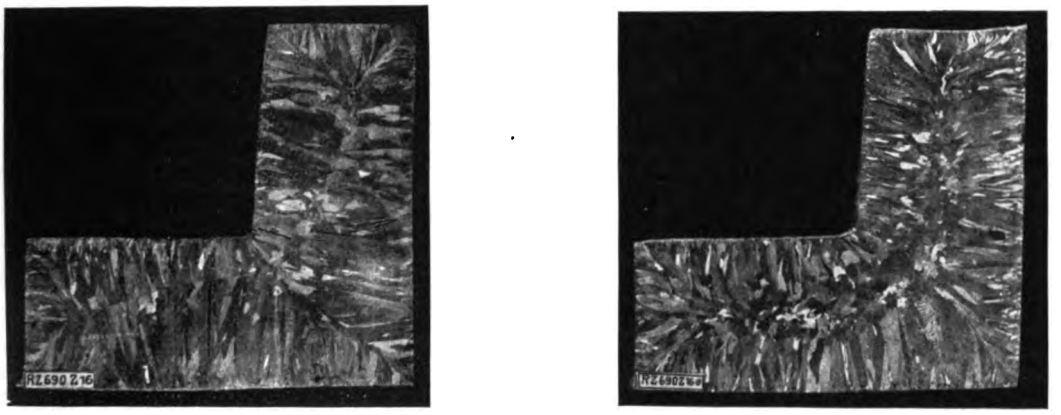
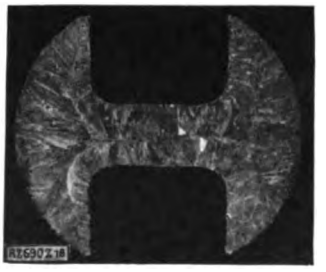


Abb. 16 und 16a. Zinkgüsse mit Winkelquerschnitt. (Gegossen bei 525°; 1,9mal vergr.)

Es sei gleich vorweggenommen, daß auch bei der Verdrehung von Eisenstäben entsprechenden Querschnitts nach den Versuchen von Bader und Nádai ganz gleichartige Fließfigurenzeichnungen entstehen und daß diese ebenso wie die Gefügezeichnungen den Gefällinien einer Böschungsfläche, also etwa eines Daches oder eines Sandhaufens, entsprechen[2]. Abb. 13 zeigt den Querschnitt eines verdrillten rechteckigen Prismas.

Gegossen bei 575°.



Gegossen bei 550°.

Abb. 17 und 18. Zinkgüsse mit ausgesparten Kreisquerschnitten (1,9mal vergr.).

Zu dieser Konstruktionsmöglichkeit ist zunächst eine unwesentliche Einschränkung zu machen. Der gradlinige Verlauf der Kristalle ist in der Nähe der Trennungslinien in der Regel etwas gestört, indem die Kristalle nach der Mitte des Querschnittes zu abbiegen. Nur sehr selten sind aber diese Abweichungen, wie in Abb. 14, so groß, daß die kennzeichnende Zeichnung eines Gusses verwischt wird. Selbst beim achteckigen Querschnitt, Abb. 6, der sich doch stark der Kreisform annähert, Abb. 15, häufig das senkrechte Aufwachsen der Kristalle und die Ausbildung der Trennungslinien feststellen.

Stärkere Unterschiede zwischen dem Gußgefüge und der Konstruktion ergeben sich aber, wenn der Querschnitt einspringende Ecken hat, Abb. 16 bis 18. Die Trennungslinien sind nun stets gegenüber der Konstruktion, Abb. 19 und 20, in der Weise verändert, daß sie in der Nähe der scharf einspringenden Ecken zu diesen hin gedrängt sind. Dort zeigen auch die Kristalle stärkere Abweichungen vom senkrechten Aufwachsen. Ersteres bedeutet zunächst nichts weiter, als daß die Erstarrung von einspringenden Ecken langsamer ins Innere fortschreitet, in ihrer Nähe also der Werkstoff länger heiß bleibt und daher auch das Temperaturgefälle stärker sein muß als an anderen Stellen.

Die Ursache hierfür ist leicht einzusehen: Würde man in Analogie zur ausspringenden Ecke annehmen, daß sich nach Abb. 20 die Gefällinien geradlinig ins Innere fortsetzen, so müßte die Wärme des ganzen Sek-

[1] A. W. und H. Brearley: Blöcke und Kokillen, S. 10ff.
[2] W. Bader und A. Nádai: Z. V. d. I. Bd. 71, S. 317. 1927.

Digitized by Google

tors radial durch die Ecke abfließen. Dies ist aber unmöglich. Die aus dem Sektor abfließende Wärmemenge muß sich daher auf die Nachbarschaft der Ecke verteilen, was etwa einen Verlauf der Gefällinien nach

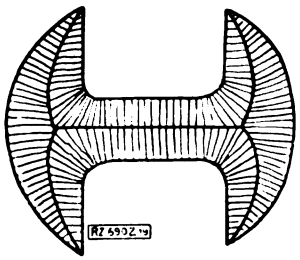


Abb. 19. Böschungsfigur mit Gefällelinien über einem ausgesparten Kreisquerschnitt.

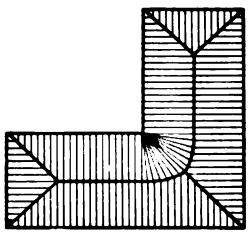


Abb. 20. Böschungsfigur über einem Winkelquerschnitt.

Abb. 21 zur Folge hat. Immerhin tritt dabei eine Zusammendrängung der Gefällinien nach der Ecke hin ein, die eine Erschwerung des Wärmeabflusses bedeutet, d. h., wie Abb. 22 veranschaulicht, ein langsameres Fortschreiten der Erstarrungsfläche. Betont sei, daß alle Versuche und auch

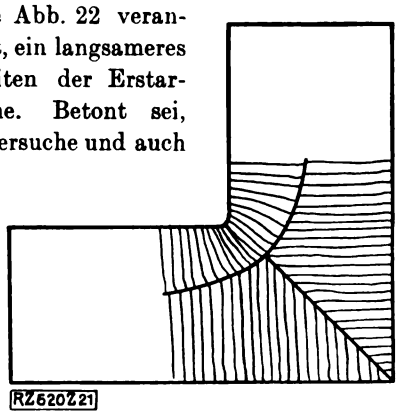


Abb. 21. Kristallwachstum in der einspringenden Ecke eines Gusses.

Beispiele aus der Praxis ein nahezu senkrechtes Aufwachsen der Kristalle auf dem Rand erkennen lassen[1]. Es folgt hieraus, daß keine nennenswerte Erhöhung der Randtemperatur in der Ecke stattfindet, da ja die Isothermen senkrecht auf den Gefällinien stehen. Auf diese Weise ergibt sich ja auch Abb. 22 konstruktiv aus Abb. 21.

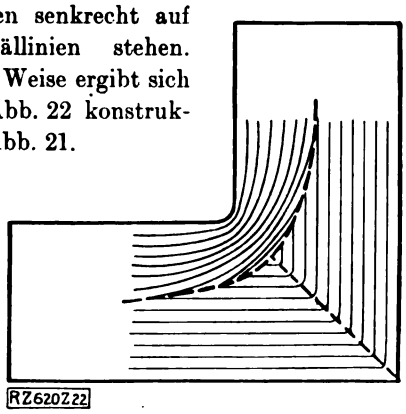


Abb. 22. Fortschreiten der Erstarrung in der einspringenden Ecke eines Gusses.

Von Bedeutung für die Praxis erscheint besonders die Tatsache, daß bei sonst gleicher Dicke des Gusses und überall gleichen Abkühlungsbedingungen an den Wandungen das Metall in der Nähe einer einspringenden Ecke am längsten flüssig bleibt. An diesen Stellen entstehen daher stets Lunker und häufen sich die Verunreinigungen an.

Bei ausspringenden Ecken müßte nun eigentlich infolge der erhöhten Möglichkeit des Wärmeabflusses die Trennungslinie von den die Ecke bildenden Kanten weiter entfernt sein als etwa von einer geraden Begrenzung. Wie weitere Versuche gezeigt haben, ist aber diese Abweichung verhältnismäßig gering gegenüber der Wirkung einspringender Ecken. Sie ist auch außerdem praktisch deshalb noch von geringer Bedeutung, weil scharfe ausspringende Ecken selten allein auftreten. Bei symmetrischen Querschnitten treten aber aus Symmetriegründen die besprochenen Verschiebungen der Trennungslinien nicht ein.

Daß es sich wirklich bei einer einspringenden Ecke um einen behinderten Wärmeabfluß handelt, ist leicht einzusehen. Denken wir uns z. B. bei einer ausspringenden Ecke den einen Schenkel gegen Wärmeabfluß isoliert, so bleibt die Schmelze in dessen Nähe heiß. Die Kristalle wachsen also vom anderen Schenkel an den isolierten heran, so daß die Trennungslinie ganz dicht an diesen herangeschoben wird.

Ähnliche Vorgänge.

Die Ähnlichkeit physikalischer Vorgänge findet ihren Ausdruck in der formalen Übereinstimmung der mathematischen Ansätze. Da von derartigen verwandten Aufgaben sich oft die eine oder andere durch größere Anschaulichkeit oder leichtere Zugänglichkeit für den Versuch auszeichnet, bieten solche Gleichnisse gelegentlich wertvolle Hilfsmittel zur Lösung von Fragen, wenn der rechnerische Ansatz an sich nicht auflösbar ist[1].

Dem Erstarrungsvorgang weitgehend ähnlich ist die Auskristallisation einer Lösung, deren Lösungsmittel am Rande fortgeführt wird. Das Verhalten des Lösungsmittels ist bestimmt durch die Diffusionsgleichung, die mit der Differentialgleichung der Wärmeleitung formal übereinstimmt, wenn man an Stelle der Temperatur die Konzentration einsetzt. Auch die Bedingungen an der Erstarrungs- (Kristallisations-) Fläche stimmen dann überein. So wären z. B. bei langsamem Kristallisieren einer gesättigten Salzlösung in einem porösen Zylinder, der eine Diffusion des Wassers erlaubt, ganz gleiche Gefügeausbildungen wie beim Erstarren zu erwarten.

Ein anderer Vorgang ist dagegen die spontane Kristallisation unterkühlter Lösungen. Ein solcher Fall liegt z. B. bei einer zähen Zuckermasse, Abb. 23, vor, wie sie zur Herstellung von Konfitüren verwendet wird. Bei der Erstarrung oder beim Kristallisieren ist für das Kristallwachstum die Fläche der Erstarrungstemperatur oder Ausscheidungskonzentration maßgebend, die je nach den Bedingungen mit örtlich und zeitlich wechselnder Geschwindigkeit und Richtung vorwärts wandert. In unterkühlten Lösungen dagegen ist das Fortwachsen der Kristalle allein bestimmt durch die Kristallisationsgeschwindigkeit von den Keimstellen aus. Dies zeigt sich darin, daß die Wanderungsgeschwindigkeit der

[1] Vgl. auch Abb. 123 bei W. Rosenhain: Physical Metallurgy, S. 292. Seine Konstruktion der Isothermen in Abb. 124 entspricht jedoch nicht der Orthogonalität.

[1] A. und L. Föppl: Drang und Zwang, Bd. II, S. 80 München und Berlin 1920.

Digitized by Google

Grenzfläche zähflüssig-kristallinisch ganz konstant bleibt (in unserem Falle 0,7 mm in einem Tag). Daher liegt auch kein Grund für Abweichungen vom geradlinigen Fortwachsen vor. Für diesen Fall, aber auch nur in diesem Fall, ist die Temperaturverteilung ohne Einfluß

Abb. 23. Bruchbild einer Stange aus durchkristallisierter Zuckermasse (1,1 mal vergr.).

auf die Kristallausbildung[1]. Bei Mangel an Keimen, wie er besonders in einspringenden Ecken eintritt, entstehen dann verzweigte Dendriten. Im Falle von Abb. 23 sind im Innern der Ecke Keimstellen zu erkennen, von denen aus wieder Kristalle gewachsen sind. Die Seitenflächen der hineinwachsenden Kristalle wirken anscheinend, wenn, wie an einspringenden Ecken, Platz ist, als Flächen neuer Keimbildung, auf denen die Kristalle wieder senkrecht aufwachsen.

Dieser Fall der Gefügeausbildung entspricht im wesentlichen dem schon erwähnten Bilde, das die Gefällinien und Grate einer Böschungsfläche, Abb. 20, zeigt. Auch die Fließfiguren bei der Verdrehung von Eisen lassen eine ganz gleichartige Anordnung, Abb. 13, erkennen. Die Ähnlichkeit zwischen diesen Vorgängen und der Kristallisation unterkühlter Lösungen ist sehr weitgehend; aber auch zur Erstarrung bestehen offenbar Beziehungen, da sich ja die Gefügeausbildung hierbei in erster Näherung aus der Böschungsfigur ableiten läßt. Die Abweichungen kommen zustande durch den Zwang, dem das Kristallwachstum infolge der jeweiligen Lage der Erstarrungsfläche unterliegt.

Die Böschungsfläche ihrerseits kann nun auch unter Umständen als Sonderfall einer unter Innendruck stehenden Membran gedeutet werden. Die Membran kann sich zu einer Böschungsfläche ausbeulen, wenn sie durch Einzelkräfte belastet wird. Die Ähnlichkeit mit dem Erstarrungsvorgang liegt darin, daß bei der Membrangleichung der Innendruck die gleiche Bedeutung hat wie bei der Wärmeleitung die zeitliche Temperaturänderung. Wenn sich hieraus auch noch keine anschauliche Brücke von einem Vorgang zum andern schlagen läßt, so weichen doch die Gefügebilder im selben Sinne vom Böschungsgleichnis ab wie die Fläche einer unter gleichmäßigem Innendruck stehenden Membran. Eine weitere Verfolgung der hier angedeuteten Beziehungen zur quantitativen Einsicht in den Erstarrungsvorgang scheint nicht aussichtslos zu sein.

Für die Unterstützung bei der Durchführung der Versuche und Herstellung der Aufnahmen sind wir Fräulein E. Reidemeister zu Dank verpflichtet.

[1] Vgl. A. Schubnikoff und G. Lämmlein: Z. Krist. Bd. 65, S. 297. 1927.

Der Einfluß der chemischen und kristallographischen Beschaffenheit des Gußmaterials auf das Verhalten beim Walzen

erläutert an Industrie-Aluminium, -Kupfer und -Zink.

Von **Erich Seidl**[1].

A. Einführung.

I. Aufgabe.

Ausgangsmaterial für die Verarbeitung bei dem in der Technik verwendeten Aluminium, Kupfer und Zink ist ein Gußmetall; hauptsächlich in Form von Barren für Drähte (Abb. 1) und Platten (Abb. 6) für Bleche.

Die chemische und kristallographische Beschaffenheit dieses Gußmetalls beeinflußt erfahrungsgemäß die Verarbeitung, die in der Regel im warmen Zustand erfolgt.

In chemischer Hinsicht sind es die geringen „Verunreinigungen“ (die auch das reinste Industriemetall stets enthält), die störend wirken. Sie treten an den Korngrenzen (Aluminium, Kupfer) oder im Innern der Kristalle (Zink) auf; mitunter sind sie an bestimmten Stellen angereichert (Lunkerbildung, Gußhaut, Abb. 18).

Das kristallographische Gefüge der Metalle ist entweder gleichmäßig feinkörnig, oder es besteht ein „Gußgefüge“ (das bestimmte Abkühlungsbedingungen kennzeichnet) aus Kristallen von vorwiegend stengliger Ausbildung[1].

Der Einfluß der Verunreinigungen und des Kristallgefüges auf die Verarbeitbarkeit der Metalle ist in Wissenschaft und Praxis verschiedentlich betont worden. Spezielle Untersuchungen jedoch, wie sie hier mitgeteilt sind, finden sich in der Literatur nicht. Im Betriebe lassen sich die schädlichen Einflüsse der einen oder anderen Art nicht recht unterscheiden, weil durch das plastische Verhalten der Metallmassen im warmen Zustande Störungserscheinungen überhaupt abgeschwächt werden.

Ausführliche Untersuchungen über diese Fragen sind für Aluminium und Kupfer 1925 und 1926 von E. Seidl und E. Schiebold ausgeführt[2]. Zink wurde 1927/28 von

[1] Original: Veröffentlicht unter dem Titel „Influence of Chemical and Crystallographie Properties of Casting Metal on Behavior During Rolling“ in Min. a. Metallurgy, New York, November 1927.

[1] Wir unterscheiden zwischen Kristallgefüge-(Textur) und -Struktur; unter Kristallgefüge verstehen wir die Anordnung der Kristalle zueinander und den mikroskopisch erfaßbaren Aufbau, unter Kristallstruktur den (röntgenographisch zu erfassenden) Feinbau der Kristalle.

[2] E. Seidl und E. Schiebold: Das Verhalten inhomogener Aluminium-Gußblöckchen beim Kaltwalzen. Makroskopische Verfolgung der Entstehung einer Walztextur. Z. Metallkunde 1925, S. 221/26, 283/88, 320/28, 365/68; Sonderdrucke Kommissionsverlag Max Weg, Leipzig; Mitt. Materialpr.-Amt u. K.-W.-I. f. Metallforsch. 1926, Sonderheft II, S. 127/72. — Das Verhalten von Industriekupfer bei

Digitized by Google

E. Seidl behandelt[1]. Die Arbeiten fanden unter Mitwirkung der Metallographin Charlotte Zierold statt. In der hier bearbeiteten vergleichenden Zusammenstellung des Ergebnisses der Untersuchungen ist insbesondere hervorgehoben, inwieweit bei diesen drei Metallen ein gleichartiges — oder unterschiedliches Verhalten — bedingt durch unterschiedliche spezielle Eigenschaften — zu beobachten war.

II. Metallart.

Für die Untersuchungen wurden die im Handel üblichen Marken verwendet:

Aluminium-Draht-Barren aus den „Vereinigte Aluminium-Werke A.-G.", Lautawerk, Lausitz; „Innwerk, Bayerische Aluminium-Werke A.-G.", Töging; „Erftwerk A.-G.", Grevenbroich.

Kupferdrahtbarren deutschen und amerikanischen Ursprungs sowie Kupferplatten (Blechherstellung) aus den „Rheinisch-Westfälische Kupferwerke A.-G.", Olpe, Westfalen.

Zinkplatten, Rohzink und Raffinade, von den oberschlesischen Zinkhütten der „Bergwerksgesellschaft Georg von Giesches Erben", Breslau, und Elektrolytzink (Feinzink) amerikanischen Ursprungs.

Die Zusammensetzung der verwendeten Industriemetalle war etwa folgende:

Aluminium	Kupfer	Zink		
		Rohzink	Raffinadezink	Elektrolytzink
Al 99,5%	Cu 99,76%	Zn 98,2%	Zn 98,80%	Zn 99,98 %
Si 0,2%	O 0,05%	Pb 1,6%	Pb 1,10%	Pb 0,003 %
Fe 0,3%	As 0,09%	Rest nicht bestimmt	Rest nicht bestimmt	Cu 0,005 %
	Fe, Ni, Co, Pb 0,10%			Cd 0,006 %
				Fe 0,0082%

III. Untersuchungsverfahren.

Eine Nachahmung der in der Praxis üblichen Verarbeitungsverfahren durch genau entsprechende Versuche im Laboratorium war schon mit Rücksicht auf die kleinen Abmessungen der Probekörper und der Apparate nicht möglich. Weiterhin aber erwies sich eine besondere Anordnung der Versuche auch deshalb als erforderlich, weil es darauf ankam, die Einflüsse der Verunreinigungen und der kristallographischen Beschaffenheit je besonders herauszuarbeiten.

1. Um den Einfluß der Verunreinigungen besonders klar erkennen zu können, wurden Proben des betreffenden Metalls von normalem Reinheitsgrad anderen Proben gegenübergestellt, die eine Anhäufung von Verunreinigungen aufwiesen. (Mitte der Gußblöcke Lunker; luftgekühlte Oberfläche beim Kupfer.)

2. Um den Einfluß der kristallographischen Beschaffenheit zu kennzeichnen, wurden Metallproben von einheitlich körnigem Gefüge mit Proben von uneinheitlichem Gefüge (Stengelkristalle) verglichen.

Bei der planmäßig durchgeführten Walzbeanspruchung wurden die Probekörper aus den Stengelkristallzonen (Würfel von 1 cm Kantenlänge) jeweils in folgender Weise durch die Walzen gegeben (Abb. 22).

1. Längsachse der Kristalle parallel zur Walzrichtung.
2. Längsachse der Kristalle parallel zur Achse der Walze.
3. Längsachse der Kristalle senkrecht zur Walzebene.

3. Die Probekörper wurden in kaltem Zustande der Beanspruchung unterworfen. Denn bei der in der Praxis üblichen Behandlung des Metalls ergibt sich infolge Erwärmung eine Erhöhung der Plastizität; außerdem tritt Rekristallisation ein, so daß sich das eigentliche Verhalten der Kristalle nicht einwandfrei verfolgen läßt.

IV. Betrachtungsweise.

Die Kristalle dieser Gußmetalle haben bei körniger Ausbildung einen Durchmesser von 2 bis 5 mm; Stengelkristalle sind etwa 0,1 bis 0,3 mm breit und 10 bis 25 mm lang. Bei der Längung, die die einzelnen Kristalle beim Walzen erleiden, erreicht ein einzelner Kristall eine Länge von 2 m und mehr. Es ist daher möglich, das Verhalten der Kristalle schon mit bloßem Auge zu beobachten, wofern sie nur durch ein gutes Ätzverfahren scharf herausgearbeitet sind. Für Aluminium war ein solches Verfahren schon bekannt; für Kupfer und Zink wurde es ausprobiert. Diese makroskopische Betrachtungsweise des Kristallgefüges hat unter anderem den Vorteil, einen guten Überblick über die Beziehungen zwischen der Verformung einzelner Kristalle und von Kristallgruppen zur Formänderung des Gesamtprobekörpers zu bieten. Eine mikroskopische Untersuchung und Darstellungsweise wurde zur Aufklärung kristallographischer Feinheiten herangezogen.

Auch die Gasporen, die das Kupfer enthält (etwa 0,5 bis 1 mm Durchmesser) lassen sich mit bloßem Auge ausreichend gut beobachten und bei der Verformung verfolgen.

Die Verunreinigungen jedoch sind so klein, daß sie mikroskopisch beobachtet werden mußten.

Schließlich wurde grundsätzlich ergänzend die feinbauliche Röntgenuntersuchung der Metalle angewandt, um das makroskopische und mikroskopische Untersuchungsergebnis nachzuprüfen.

B. Ergebnis der Untersuchung des Gußmaterials.

I. Gemeinsames.

Die grundsätzlichen Erscheinungen bei der Erstarrung der gegossenen Metalle sind bei dem untersuchten Aluminium, Kupfer und Zink die gleichen; denn die Gußtextur steht in gesetzmäßiger Beziehung zu den Abkühlungsbedingungen.

Der Gesamtquerschnitt eines Gußblockes zeigt entweder feinkörniges Gefüge (Abb. 5) oder verschiedenartige Zonen der Kristallausbildung (Abb. 1, 4, 6, 7, Schema Abb. 3 a, b).

An den Formwänden am äußersten Rand: eine sehr schmale, feinkörnige Zone von „Keimkristallen".

Anschließend: eine Zone kristallographisch gleichartig gelagerter „Stengelkristalle".

In der Mitte: Ungleichartige feinkörnige Kristalle.

---

der Beanspruchung; erläutert bei der Kaltbehandlung. Z. Metallkunde 1926, S. 241/46, 315/21, 343/46; Sonderdrucke Kommissionsverlag Max Weg, Leipzig; Mitt. Materialpr.-Amt u. K.-W.-I. f. Metallforsch., Sonderheft III, S. 1. 1927.

[1] Das Gußgefüge des Zinks und sein Einfluß auf das mechanische Verhalten des Zinks bei der Verarbeitung, erscheint 1928 in Z. Metallkunde.

Soweit die Arbeiten anderer Forscher berücksichtigt worden sind, sind sie in diesen Arbeiten angeführt.

Digitized by Google

II. Besonderheiten.

a) Besonderheiten bei der Kristallisation sind einesteils durch die stofflichen Eigenschaften des betreffenden Metalls, anderenteils durch die verschiedenartigen Gießformen und Gießverfahren, also durch Ursachen des Betriebes, bedingt.

nehmen zwar im flüssigen Zustande Gase auf, vermögen sie aber bei der Erstarrung wieder abzugeben.

c) Da die Verunreinigungen bei den drei Metallen in chemischer und physikalischer Hinsicht verschiedenartig sind, so machen sie sich in verschiedener Weise störend bemerkbar. Insbesondere ist es

Gußtextur von Industrie-Aluminium, -Kupfer und -Zink unter verschiedenen Abkühlungsbedingungen.

Querschnitt eines in längsseitig offener Form gegossenen Kupferdrahtbarrens.

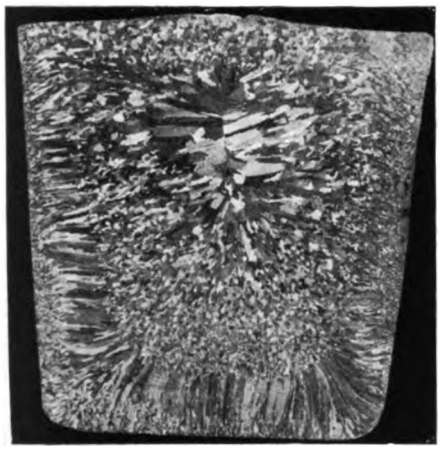


Abb. 1. Ungleichmäßige Kristallausbildung ($v = 0{,}8$). Vorgang der Kristallisation s. Schema Abb. 3a und b.

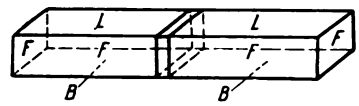


Abb. 2. Zerteilung einer Gußplatte in Probekörper.

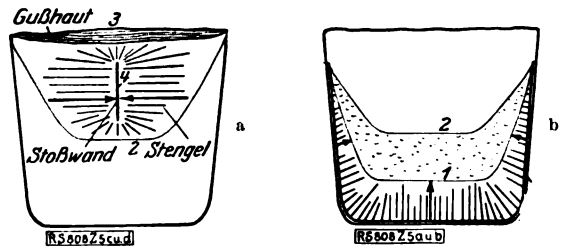


Abb. 3. Vorgang der Kristallisation.

Querschnitt eines in stirnseitig offener Form gegossenen Aluminiumdrahtbarrens.

Abb. 4. Ungleichmäßige Kristallausbildung; entsprechend den Abkühlungsbedingungen, Schema s. Abb. 3a und b. (⅔ natürl. Gr.).

Abb. 5. Ausschnitt aus der mittleren körnigen Kristallzone ($v = 3{,}5$).

a) Aluminiumknüppel werden in stehenden Formen mit „verlorenem Kopf" gegossen, sie zeigen eine symmetrische Gußtextur (Abb. 4).

b) Kupferblöcke und -platten und Zinkplatten werden in liegenden Formen gegossen, mit großer, durch Luft gekühlter Oberfläche. Die Luftkühlung ergibt eine Kristallisation mit scharfer Grenzfläche gegen die unter Einfluß der Formwände abkühlende Kristallmasse (Abb. 6 und 7).

b) Einschlüsse von Luft und Gasen, die als Poren beim Anschleifen sichtbar sind, sind eine Besonderheit des Kupfers (Abb. 17). Auch die anderen Metalle

von Bedeutung, ob sie im Verhältnis zu dem Muttermetall spröder oder plastischer sind. Ferner spielt es eine Rolle, ob sie an den Korngrenzen oder im Inneren der Kristalle, ob sie in feiner oder gröberer Verteilung auftreten.

Beim Aluminium tritt Eisen in Form der Verbindung $FeAl_3$ auf. Diese bildet spröde Einlagerungen in der verhältnismäßig weichen Grundmasse.

Beim Kupfer tritt der Sauerstoffgehalt in Form der Verbindung Cu_2O auf (Abb. 18), die ebenfalls spröde im Vergleich zum Reinmetall ist.

Digitized by Google

In beiden Fällen sind die Verunreinigungen an den Kristallgrenzen oder den Grenzen der Unterindividuen ausgeschieden.

Querschnitte von Zinkplatten, die in Pfannen gegossen sind. (Rechts abgebrochen).

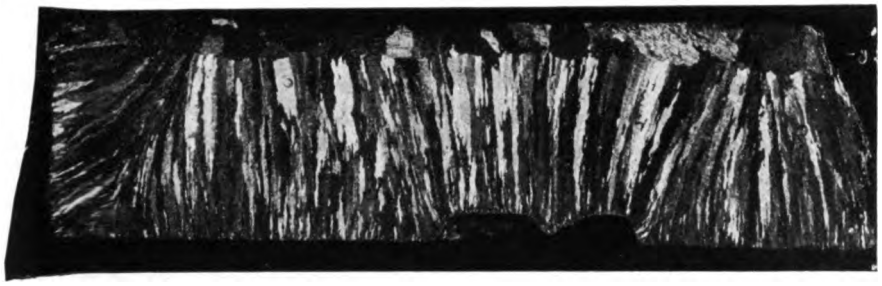


Abb. 6. Rohzink. Oben große Kristallkörner, entstanden unter Kühlwirkung der Luft; im übrigen Stengelkristalle, entstanden unter Kühleinwirkung der Formwände (v = 0,8).

Abb. 7. Raffinadezink. Hohlräume und Lunker an der Grenze der Stengel- und Luftkühlkristalle (v = 0,8).

Grundmasse ergibt sich eine besonders große Inhomogenität, die dadurch noch verschärft wird, daß die Bestandteile Pb und $FeZn_7$ sich gern zusammenballen.

Schließlich ergaben sich Unterschiede auf Grund der besonderen kristallographischen Eigenschaften der Metallkristalle.

C. Ergebnis der Untersuchung der Metalle bei mechanischer Beanspruchung.

I. Walzen.

Die würfelförmigen Proben der drei Metalle wurden in den angegebenen drei Richtungen zu Plättchen und Bändern so lange gewalzt, bis Brucherscheinungen auftraten.

1. Gemeinsames.

Durch das Walzen erfährt der Gesamtkörper eine bestimmte — von Stich zu Stich zunehmende — Veränderung; die Höhe nimmt ab; die Breite nimmt ein wenig, die Länge in bedeutendem Maße zu.

Walztextur von Industrie-Aluminium, -Kupfer und -Zink.

Texturbildung entsprechend der Lage der Stengelkristalle zur Walzbeanspruchung.

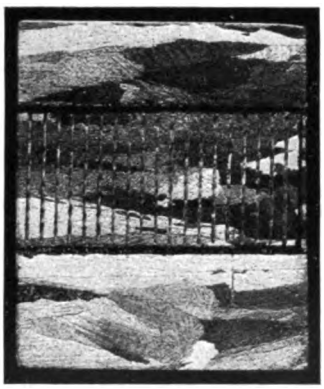


Abb. 8. Ansicht der Oberfläche des Probewürfels im Gußzustand (v = 1,9).

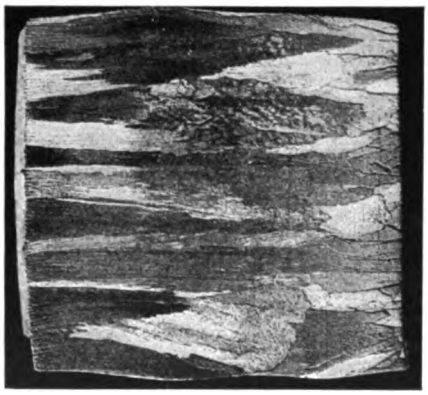


Abb. 9. Ansicht dieser Oberfläche nach 29% Verformung (Höhenabnahme; v = 1,9).

Abb. 10. Ansicht einer Seitenfläche nach 29% Verformung (Höhenabnahme; v = 1,9).

Abb. 11. Ansicht dieser Seitenfläche nach 56 % Verformung (Höhenabnahme; v = 1,9).

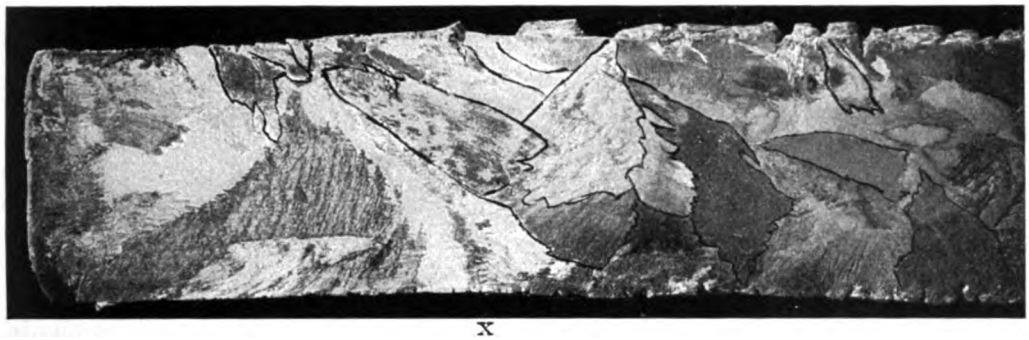
Abb. 8, 9, 10 und 11. Aluminiumwürfel, gewalzt; Lage der Stengelkristalle parallel zur Walzrichtung.

Schmiegsame Dehnung der Kristalle in der Walzrichtung.

Beim Zink sind die beiden Verunreinigungen, die als Fremdbestandteile sichtbar sind, Blei (Pb) und Eisen (Fe); sie liegen im Innern der Kristalle und nicht an den Korngrenzen. Das Blei tritt als reines Pb auf und ist erheblich plastischer als die Grundmasse, während das Eisen in Form der Verbindung $FeZn_7$ Einlagerungen bildet, die sich spröder verhalten als das Zink. Infolge der besonders großen Unterschiede der Plastizität dieser Beimengungen gegenüber der

Diese Gesamtveränderungen ergeben sich, indem die einzelnen Kristallindividuen und Gruppen von Kristallen sich in die Walzrichtung und Walzebene einpassen. Die ungünstigste Kristallform ist die Stengelform, die günstigste ein gleichmäßiges, feines Korn. Die ungünstigste Lage der Stengelkristalle ist die senkrecht zur Walzebene.

Digitized by Google



X

Abb. 12. Aluminiumwürfel, gewalzt; Lage der Stengelkristalle parallel zur Walzenachse. Kopfende eines Walzbandes nach 86% Verformung (Höhenabnahme). Ansicht der Oberfläche. Verformung des mit *X* bezeichneten Kristalls in den verschiedenen Stadien s. Abb. 23. Gezwungene Einpassung der Kristalle in die Walzrichtung unter Verbreiterung der Abstände der Längsrippen ($v = 1{,}9$).

2. Besonderheiten.

Unterschiede beim Verhalten dieser Metalle, die in der Verschiedenheit der Metalle selbst beruhen, sind — abgesehen von der Unterschiedlichkeit des Stoffes selbst — besonders durch die Verschiedenheit und Anordnung der Verunreinigungen bedingt.

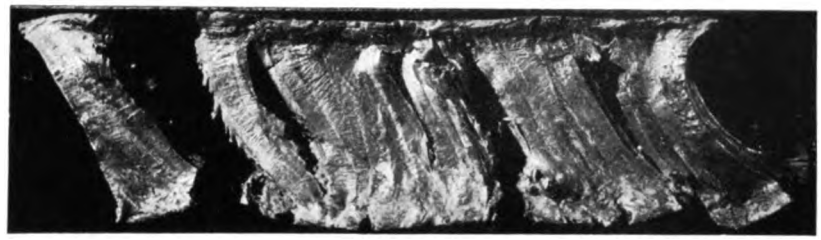


Abb. 13. Zinkwürfel, gewalzt; Lage der Stengelkristalle senkrecht zur Walzebene. Ansicht einer Seitenfläche des Probekörpers nach 35% Verformung (Höhenabnahme) ($v = 1{,}4$). Vorwiegend spröde Zerteilung der Kristalle durch Spaltenrisse. Daneben bei einzelnen Kristallen Bildung von Gleitlamellen.

Aluminium und Kupfer verformen sich merklich plastischer als Zink, weil sie sich selbst im kalten Zustande verhältnismäßig leicht unter Bildung von Gleitlamellen unterteilen; während bei Zink die Spaltbarkeit so vorherrscht, daß eine Zerteilung und Aufspaltung oft schon erfolgt ist, bevor sich Gleitlamellen in besonderem Maße bilden konnten.

Verschiedenartige Störungsursachen; kennzeichnend für Aluminium oder Kupfer oder Zink.

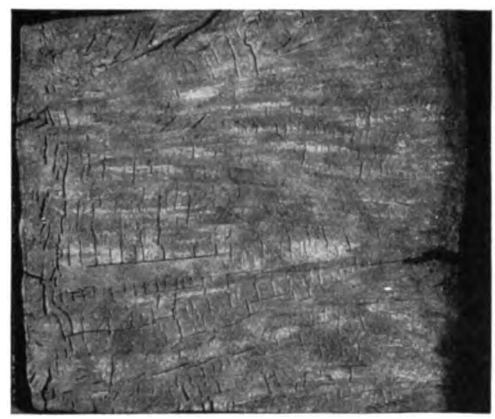


Abb. 14. Würfel parallel Stengelachse gewalzt; 21% Verformung (Höhenabnahme); Oberfläche. Zink. Spröde, regelmäßige Zerteilung der Kristalle durch Spaltrisse ($v = 1{,}4$).

Aluminium. Aluminium hat auch bei Kaltbehandlung eine sehr große Schmiegsamkeit. Es läßt sich — selbst bei der ungünstigsten Lage der Stengelkristalle — bis 98% Höhenabnahme auswalzen. Auch die Verunreinigungen stören nicht merklich. Eine spröde Reaktion beginnt erst bei 75% Verformung (Höhenabnahme) einzusetzen, indem sich an den Rändern der Walzbänder Risse bilden.

Die ungünstigste Beanspruchsrichtung ist die senkrecht zur Achse der Stengelkristalle (Skizze Abb. 15 u. 24), die günstigste parallel dazu (Abb. 8 bis 11; Skizze Abb. 16). Die Einpassung der senkrecht gelagerten Kristalle erfolgt etwas langsamer und unter bedeutenderen inneren Verspannungen.

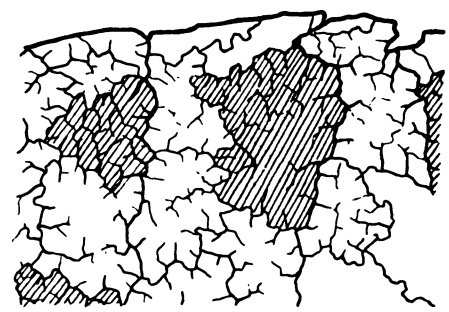


Abb. 15. Würfel senkrecht Stengelachse gewalzt; 68% Verformung (Höhenabnahme); Oberfläche. Aluminium. Sprödes Aufreißen, längs Korngrenzen und Grenzen von Unterindividuen der Kristalle.

Kupfer. Das Kupfer verhält sich bei der Kaltbearbeitung bei weitem nicht so schmiegsam. Die Ränder reißen schon bei etwa 50% Verformung (Höhenabnahme) ein; auch spleißen manche Walzblöckchen bei 30 bis 50% Verformung (Höhenabnahme) in der Mitte des Probekörpers auseinander (Abb. 19). Die Ursache dieses Verhaltens liegt entweder in einem zu hohen Gehalt an Kupferoxydul (Proben der Gußhaut) oder in einer Schwächezone, die sich beim Walzen der Proben parallel zur Stengelachse infolge davon ergibt, daß Kupferoxydul und Gasporen gesetzmäßig in der Wachstumsrichtung der Kristalle angeordnet sind (Abb. 17). Möglicherweise begünstigt auch die verhältnismäßig geringe Kohäsion der Kupferkristalle senkrecht zu den Würfelflächen dieses Verhalten.

Abb. 16. Plastische Längung eines Aluminiumkristalles unter Bildung von Gleitlamellen.

Zink. Die Zinkproben ließen sich überhaupt nur bis höchstens 60% Höhenabnahme walzen.

Digitized by Google

Zufolge der leichten Spaltbarkeit bilden sich schon von etwa 5% Verformung (Höhenabnahme) an zahlreiche Spalten und Spältchen, die beim Weiterwalzen sich vergrößern und das Aufreißen der Proben verursachen (Abb. 13, 14, 20). Auch beim Zink ist das Verhalten der Stengelkristalle bei der Beanspruchung senkrecht zur Achse am ungünstigsten. Die Proben reißen schon bei 35% Höhenabnahme innerhalb metallisch glänzender Flächen völlig auf. Die Beanspruchung quer zur Achse der Stengelkristalle ist nicht viel günstiger. Bei der Beanspruchung in Richtung der Stengelachse tritt neben der Spaltbarkeit unter Bildung von Gleitflächen die weitestgehende Verformung ein. Im Vergleich zu den beiden anderen Metallen erscheint sie allerdings sehr gering.

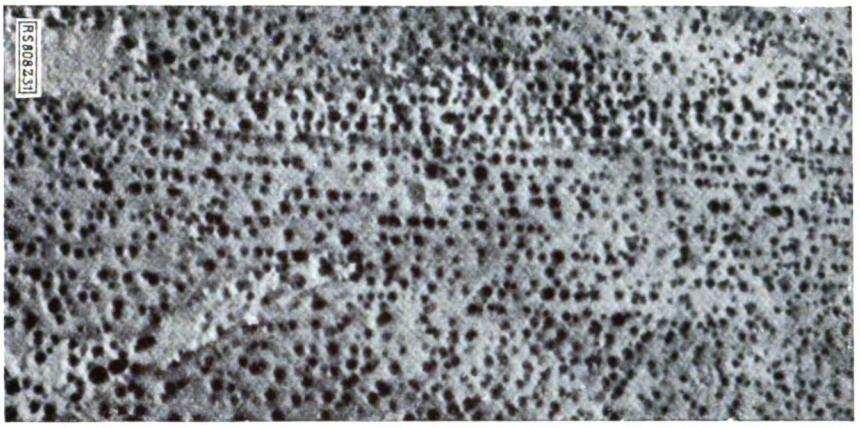


Abb. 17. Kupfer, Gasporen in Richtung der Stengelachse; bei Verformung vielfach Ursache des Aufreißens ($v = 12$).

Abb. 18. Kupfer, Anhäufungen des spröden Kupferoxyduls (Cu_2O); an den Korngrenzen Entmischung des Eutektikums in Cu und Cu_2O ($v = 600$).

II. Verhalten bei verschiedenen anderen Prüfungsverfahren.

Ergänzend wurden noch einige andere Prüfungsverfahren angewendet; jedoch nur mit der Absicht, grundsätzliche Einblicke und nicht etwa Präzisionsbestimmungen zu erzielen. Diese Prüfungen bestätigen übereinstimmend den beim Walzen gewonnenen Eindruck.

Im einzelnen wurden folgende Versuche ausgeführt:

Kupfer. Die Zerreißfestigkeit von kleinen Flachstäbchen aus Gußkupfer, die den verschiedenen Zonen der Gußplatte entnommen waren, zeigten, daß die oberste, an Gasporen besonders reiche Zone die geringste Festigkeit aufwies. Ferner ergaben sich Unterschiede im Verhalten der Stengelkristallproben, die einen verschiedenen Gehalt an Cu_2O hatten.

Im Mittel betrug die Bruchfestigkeit bei der Temperatur der flüssigen Luft (—180° C) 16,5 kg/qmm gegenüber 27,0 kg/qmm von feinkörnigem, geglühtem Kupfer und die Dehnung des Gußkupfers 26,6% gegenüber 47,0% von feinkörnigem, geglühtem Zink.

Zink. Scherversuche, die in drei verschiedenen Richtungen an Stengelkristallproben von Zink ausgeführt wurden, ergaben ebenfalls Unterschiede in den verschiedenen Richtungen.

Die weitgehendste plastische Verformung zeigten die Proben, welche senkrecht zur Stengelachse durchgeschert worden waren, mit einer Scherfestigkeit von 7,3 kg/qmm gegenüber 5,2 kg/qmm parallel zur Achse. Bei Querbeanspruchung war die Scherfestigkeit 5,7 kg/qmm.

Uneinheitliche Spannungen im gewalzten Metall als Ursache von Ausschuß.

Abb. 19. Würfel parallel Stengelachse gewalzt; etwa 35% Verformung (Höhenabnahme) ($v = 4{,}5$). Aufreißen des Kupferprobekörpers in der Mitte infolge Kerbwirkung von Gasporen und Kupferoxydulteilchen (s. Abb. 17).

D. Praktisches Ergebnis.

Auf Grund der hier mitgeteilten, durch kennzeichnende Abbildungen erläuterten Untersuchungen ergibt sich folgende bedeutungsvolle Tatsache:

Die Größe und Anordnung der Kristalle sowie ihre Lage zu den Hauptrichtungen der beanspruchenden Kräfte beeinflußt in hohem Maße das Verhalten des beanspruchten Körpers unter dem Zwang der maschinellen

Digitized by Google

Abb. 20. Würfel parallel, Stengelachse gewalzt; 56% Verformung (Höhenabnahme) ($v = 1{,}4$). Aufreißen des Zinkprobekörpers in der Mitte unter Bildung großer Hohlräume.

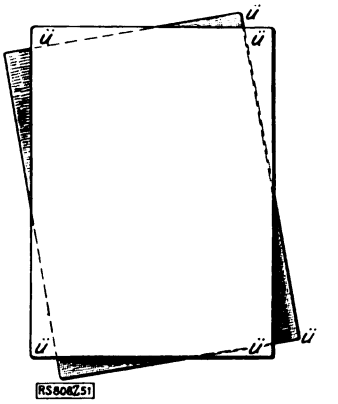


Abb. 21. Schema der Verdrehung von Blechteilen infolge einer nichtparallelen Stellung der Walzenachsen, etwa $^1/_{20}$ natürl. Gr. In der Dreh- bzw. Scherfläche herrschen uneinheitliche Spannungen. Die Überlappungsbereiche (ü) ergeben starken Ausschuß.

Bearbeitung. Am ungünstigsten ist eine Anordnung von Stengelkristallen senkrecht zur Walzebene (insbesondere Aluminium und Zink).

Gasblasen oder Anhäufungen von Verunreinigungen können dazu führen, daß die Proben einreißen oder zerbrechen; besonders dann, wenn sie an Stellen kristallographischer Ungleichheiten auftreten. Beim Kupfer verursacht manchmal die Anordnung von Gasblasen, daß die Kristalle in Richtung der Stengelachse aufreißen.

Man müßte daher bei der Herstellung von Gußmetallen bestrebt sein, ein möglichst gleichmäßiges, feinkörniges Kristallgefüge zu erzielen, das zugleich eine günstige Verteilung der Verunreinigungen gewährleistet.

1. Gießen.

Es ist erfahrungsgemäß tatsächlich möglich, ein derartiges Gußgefüge zu erzielen, wenn folgendermaßen verfahren wird:

a) Genaue Einhaltung derjenigen Gießtemperatur, welche für das betreffende Metall die günstigste ist.

b) Verwendung von starkwandigen Formen, die die Wärme schnell abzuleiten vermögen.

c) Ruhiges Gießen.

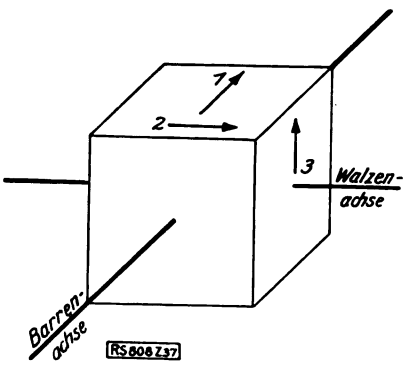


Abb. 22. Schema der Lage der Probewürfel beim Walzen. 1. Stengelachse parallel zur Walzrichtung. 2. Stengelachse parallel zur Walzachse. 3. Stengelachse senkrecht zur Walzebene. Die Pfeile geben die Lage der Stengelkristalle an.

Die Einhaltung dieser Arbeitsbedingungen ist jedoch anscheinend nicht ohne erhebliche betriebstechnische Schwierigkeiten möglich.

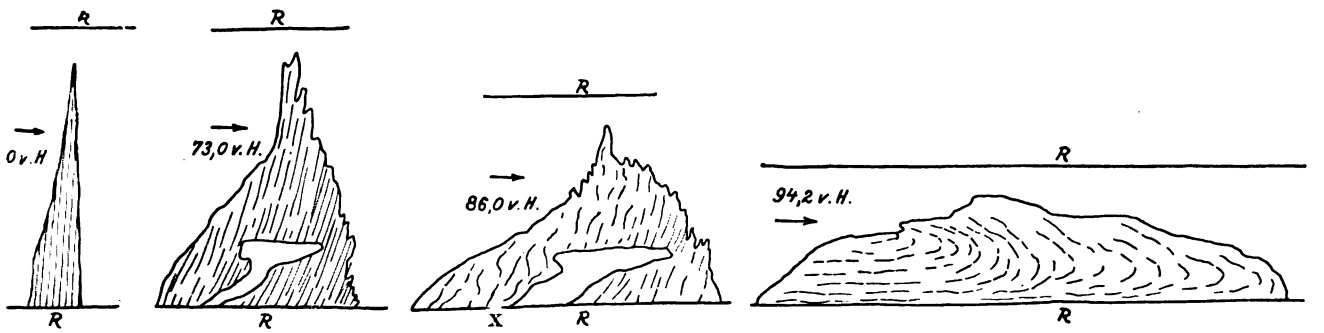


Abb. 23. Einpassung eines parallel zur Walzachse liegenden Aluminiumkristalls im Verlaufe des Walzens in die Walzrichtung.

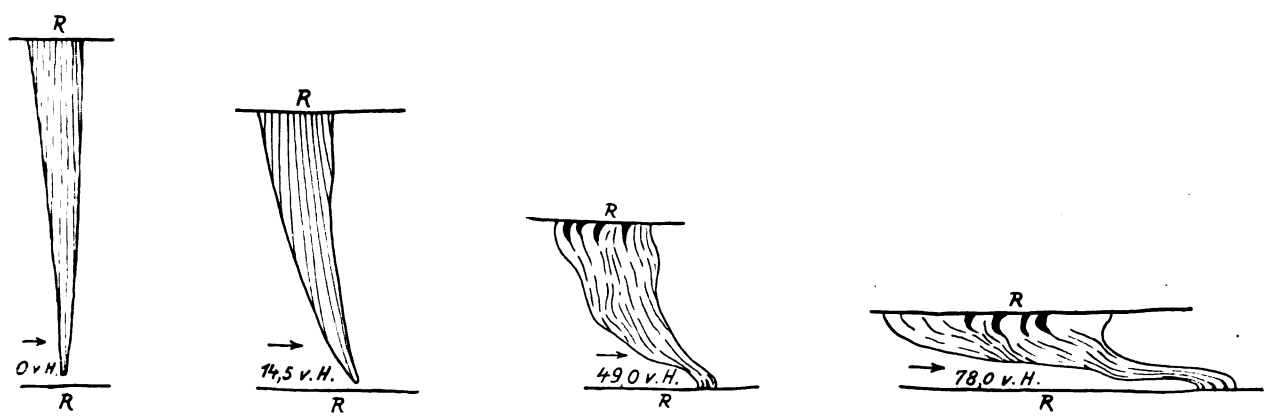


Abb. 24. Einpassung eines senkrecht zur Walzebene liegenden Aluminiumkristalls in die Walzrichtung unter Aufblättern.

Digitized by Google

Es ist daher zu erwägen, ob dieses Ziel nicht durch ein besonderes Gießverfahren sicherer erreichbar ist.

Wir haben folgende Gießversuche ausgeführt:

Die Gießform wurde auf eine bewegliche Unterlage gestellt und während des Erstarrens bewegt. Es ergab sich ein Kristallgefüge, das nicht gerichtet und verhältnismäßig feinkörnig ist.

2. Zwischenbehandlung.

Gußplatten und -blöcke, die etwa schon ein inhomogenes Gefüge haben, lassen sich besser verarbeiten, wenn mittels einer Zwischenbehandlung, die eine Rekristallisation ergibt, zunächst ein einheitlich körniges Gefüge erzeugt wird.

Durch ein Glühen der Gußstücke allein läßt sich das anscheinend nicht erreichen. Es liegt vielmehr die Gefahr vor, daß dann durch Vergröberung der Fremdbestandteile die Eigenschaften des Materials verschlechtert werden. Eine völlige Umkristallisation (Rekristallisation) kann jedoch dadurch erreicht werden, daß die Gußbarren bzw. -platten vor der eigentlichen Walzbearbeitung einer mechanischen Zwischenbehandlung unterworfen und nachträglich geglüht werden.

Wir haben die Probekörper einseitig etwa 5 bis 10% gestaucht und nachfolgend 2 St. geglüht (Glühtemperatur bei Kupfer 750° C, bei Zink 300° C). Es trat Rekristallisation mit verhältnismäßig feinem Korn über den Gesamtquerschnitt ein.

3. Verarbeitung.

Man sollte ferner bestrebt sein, die Verarbeitungsverfahren so zu leiten, daß die Anhäufung innerer Spannungen — die, unter Auslösung von Kerbwirkung, an Stellen besonderer Inhomogenität zur Rißbildung führen müssen — nach Möglichkeit vermieden wird. Beim Walzen müßte also besonders darauf geachtet werden, daß die Achsen der Walzen stets parallel zueinander stehen.

Beim Walzen von Blechpaketen wird erfahrungsgemäß viel Ausschuß (Abb. 21) vermieden, wenn die Bleche an den Köpfen wie an den Seiten glatt beschnitten sind.

Von Bedeutung ist ferner die genaue Einhaltung der günstigsten Walztemperatur, die im besonderen beim Zink auf bestimmte Temperaturbereiche beschränkt ist.

Diese vorwiegend auf Grund wissenschaftlicher Untersuchungen gewonnenen praktischen Ergebnisse sind ohne Berücksichtigung der besonderen Erfahrungen einzelner Industriestätten mitgeteilt.

Auch die Wirtschaftlichkeit der vorgeschlagenen Arbeitsverfahren ist grundsätzlich nur in untergeordneterem Maße berücksichtigt; denn sie pflegt zu verschiedenen Zeiten und bei verschiedenen Unternehmungen verschieden zu sein.

Gefüge und Festigkeitseigenschaften von sehr reinem Aluminium.

Von Frhrn. v. **Göler** und **G. Sachs**[1].

Die Eigenschaften von reinem Aluminium sind nur in sehr unvollkommener Weise bekannt, da das bisher reinste Handelsaluminium noch 0,4 bis 0,5% an fremden Bestandteilen enthält. Die physikalischen, insbesondere die mechanischen Eigenschaften gerade der reinen Metalle sind aber besonders empfindlich gegen fremde Beimengungen[2]. Neuerdings wird nun von der Aluminum Company of America ein Aluminium mit über 99,9% Al in den Handel gebracht[3]. Die erste Mitteilung einer Reihe von Eigenschaften[4] zeigt den erheblichen Einfluß des Reinheitsgrades. Es erschien daher von Wert, einige Festigkeits- und Gefügeeigenschaften dieses reinsten Aluminiums — Al 99,9 — mit denen handelsüblicher Sorten (Al 99 und Al 98,7) zu vergleichen. Die Analysen für die untersuchten Proben gibt Zahlentafel 1 wieder.

Für die Versuche wurde von gezogenen Drähten von 5 mm Dmr. ausgegangen, die bei 350° C $^1/_2$ St. geglüht und dann auf 0,97 mm (= 96,2% Querschnittsabnahme) herabgezogen waren. Die Drähte wurden bei verschiedenen Temperaturen $^1/_2$ St. geglüht und in Wasser abgeschreckt[1]. Nach orientierenden Versuchen wurden von je drei Proben Zerreißversuche[2] durchgeführt und von Al 99,9 und 98,7 einige Röntgenaufnahmen[3] hergestellt. Die Röntgenbilder von Al 99 entsprachen den in einer früheren Arbeit für 99,6proz. Aluminium wiedergegebenen[4].

Zahlentafel 1. Zusammensetzung (in %) einiger Aluminiumsorten.

	Al 99.9	Al 99	Al 98,7	
Si	0,010	0,48	0,44	
Fe	0,024	0,38	0,51	
Cu	0,035	0,02	0,24	kein Sn, Pb, Mn, Mg
Zn	—	0,03	0,11	
Al (als Rest)	99,93	99,09	98,70	

[1] Versuche, bei denen die Proben teilweise in Wasser abgeschreckt, teilweise im Ofen erkalten gelassen wurden, ergaben nur geringe Unterschiede, da die Abkühlung im Ofen jedenfalls auch noch zu rasch war, um den Härtungseffekt zu unterdrücken.

[2] Die Zerreißversuche wurden an einer kleinen Zerreißmaschine von L. Schopper, Leipzig, mit hydraulischem Antrieb bis 30 kg Höchstlast durchgeführt. Die Versuchsdauer betrug ungefähr 2 Min. Der Bruchquerschnitt wurde mit Hilfe eines Meßmikroskopes von C. Reichert, Wien, gemessen.

[3] Mit einer Lilienfeldröhre mit Molybdänantikathode, 70 kV Spannung.

[4] G. Sachs und E. Schiebold: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 400/02. 1925.

---

[1] Original: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 90. 1927.

[2] Vgl. G. Sachs: Grundbegriffe der mechanischen Technologie der Metalle, S. 228. Leipzig 1925.

[3] F. C. Frary: Am. Electrochem. Soc. 1925, Advance Copy Nr. 23; Chem. Metallurg. Engg. Bd. 32, S. 485/86. 1925; vgl. Z. Metallkunde Bd. 17, S. 234/35. 1925. Das reine Aluminium ist uns freundlicherweise von der Aluminium Company of America zur Verfügung gestellt worden.

[4] J. D. Edwards: Am. Electrochem. Soc. 1925, Advance Copy Nr. 24.

Digitized by Google

Abb. 1. Gezogen von 5,0 mm auf 0,97 mm = 96,2% Querschnittsverminderung und geglüht bei Temperaturen bis 200° C. Aufteilung der Interferenzkreise infolge regelmäßiger Anordnung der Kristallteile.

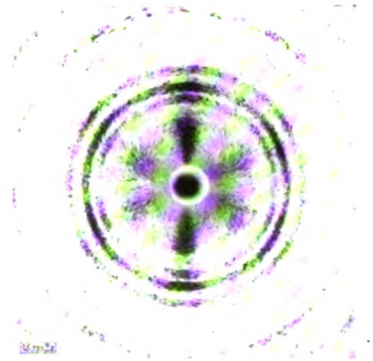


Abb. 2. Geglüht bei 250° C, 30 Min. Auftreten von Pünktchen infolge der Entstehung neuer Kristalle.

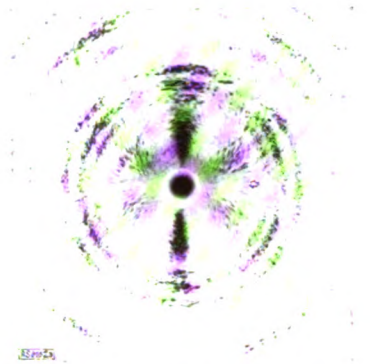


Abb. 3. Geglüht bei 375° C, 30 Min. Auftreten neuer Flecke auf den Interferenzkreisen infolge einer neuen Anordnung der Kristalle.

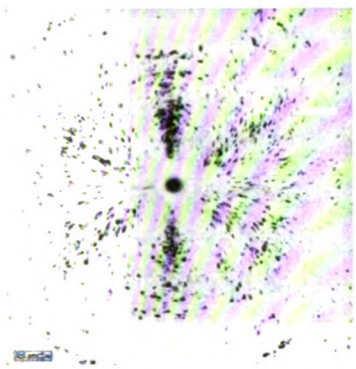


Abb. 4. Geglüht bei 425 und 500° C, 30 Min. Verschwinden der Interferenzkreise infolge Vergröberung des Korns.

Abb. 1 bis 4. Röntgenaufnahmen von sehr reinem Aluminiumdraht (99,9% Al) nach verschiedener Glühbehandlung.

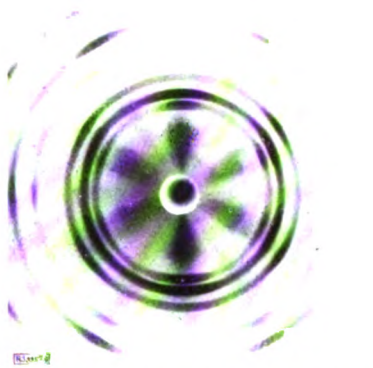


Abb. 5. Gezogen von 5,0 mm auf 0,97 mm = 96,2% Querschnittsverminderung und geglüht bei Temperaturen bis 200° C. Aussehen der Aufnahme ganz wie Abb. 1.

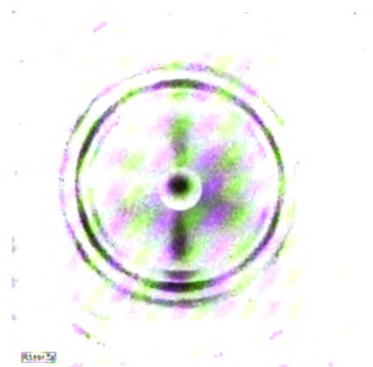


Abb. 6. Geglüht bei 250° C, 30 Min. Auftreten von Pünktchen infolge der Rekristallisation und Schließen der Interferenzkreise infolge Verschwindens der regelmäßigen Anordnung der Kristalle.

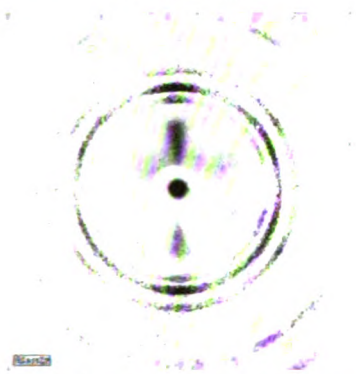


Abb. 7. Geglüht bei 375° C, 30 Min. Ganz in Punktchen aufgeteilt infolge vollständiger Rekristallisation.

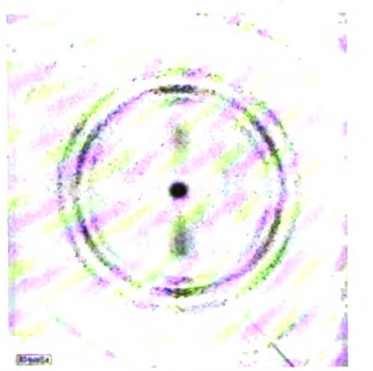


Abb. 8. Geglüht bei 600° C, 30 Min. Ähnlich Abb. 7, jedoch größere Pünktchen infolge gröberen Korns.

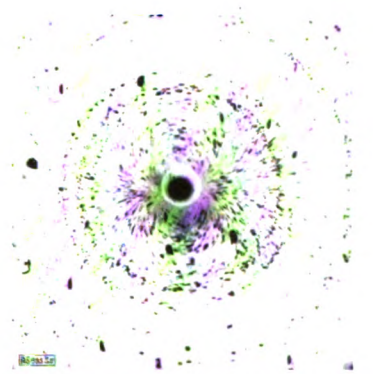


Abb. 9. Geglüht oberhalb 600° C. Neben den Interferenzpunkten der kleinen Kristalle einige starke Interferenzpunkte infolge der Durchleuchtung eines großen Kristalls.

Abb. 5 bis 9. Röntgenaufnahmen von Drähten aus Handelsaluminium (98,7%) nach verschiedener Glühbehandlung.

Gefügeänderungen durch Erwärmung.

1. Die Gefügeuntersuchung wurde mit Hilfe von Röntgenstrahlen durchgeführt (Abb. 1 bis 9), die über die Größe und Anordnung der Kristalle schneller und zuverlässiger als mikroskopische Beobachtungen[1] Aufschluß geben[2].

[1] R. Glocker, E. Kaupp und H. Widmann, Z. Metallkunde Bd. 17, S. 355/57. 1925; G. Sachs und E. Schiebold: a. a. O.

[2] Dagegen lassen sich vorläufig geringe Mengen von Kristallarten nicht mit Hilfe von Röntgenstrahlen nachweisen; daher gibt auch das Röntgenbild keine Auskunft über den Zustand der Verunreinigungen im Aluminium.

Der Beginn der Rekristallisation äußert sich entsprechend Abb. 2 und 6 im Röntgenbild (Debye-Scherrer-Aufnahme kombiniert mit Laue-Aufnahme) erst oberhalb 200° C durch das Erscheinen feiner Pünktchen in der stetigen Schwärzung der Aufnahmen kaltverformter Proben (Abb. 1 und 5). Der Rekristallisationsbeginn liegt mithin bei Al 99,9 bei gleicher Temperatur wie bei Al 98,7. Die Verunreinigungen sind demnach hierin einflußlos.

2. Nach vollständiger Rekristallisation (oberhalb 200° C) (Abb. 3 und 4, 7 bis 9), tritt bei höheren Temperaturen Kornvergröberung ein. Ein grobes Korn ist in Röntgenaufnahmen, wie sie hier wiedergegeben

Digitized by Google

sind, gut zu erkennen. Die Entstehung der Kreise in den Aufnahmen beruht darauf, daß besonders intensive Wellenlängen an besonders orientierten Kristallen reflektiert werden; während die innere Schwärzung ihre Entstehung der Reflexion kontinuierlicher Strahlung an irgendwie gelegenen Kristallen verdankt. Solange das Korn fein ist, sind genügend Kristallagen für die besonders intensiven Wellenlängen vorhanden, so daß deren Wirkung überwiegt. Wird das Korn grob, so fehlen viele Kristallagen, und außerdem wird auch jeder einzelne Interferenzpunkt der kontinuierlichen Strahlung infolge des Zusammenwirkens vieler paralleler Gitterebenen intensiv. Infolgedessen treten bei genügender Korngröße die Interferenzkreise, wie in den Aufnahmen 4 und 9, nur noch wenig hervor. Eine Probe, die ein solches Röntgenbild gibt, kann man als grobkörnig („überhitzt") bezeichnen.

Eine derartig feststellbare Grobkristallisation tritt bei Al 99,9 entsprechend Abb. 3 und 4 zwischen 375 und 425° C, bei Al 99 und Al 98,7 erst oberhalb 600° C ein, da Abb. 8 noch die Interferenzkreise erkennen läßt. Die Verzögerung der Kornvergröberung durch die Verunreinigungen ist also sehr erheblich. Und zwar dürfte die Wirkung wohl auf eine Behinderung der Sammelkristallisation durch die in den Korngrenzen gelagerten Kristallarten (Si, $FeAl_3$) zurückzuführen sein.

Bei den bei 600° C und höher geglühten Proben ist die durchschnittliche Korngröße bei Al 99,9 am größten, bei Al 98,7 am kleinsten. Bei Al 98,7 sind aber, wie die Röntgenaufnahme Abb. 9 an den einzelnen starken Interferenzpunkten und die zerrissenen Probestäbchen in Abb. 14 an dem Aussehen des Bruches erkennen lassen, vereinzelt große Kristalle entstanden, die den ganzen Querschnitt des Stabes einnehmen. Durch die Verunreinigungen wird also bei hochgeglühten Proben einerseits die durchschnittliche Korngröße herabgedrückt, anderseits die Entstehung einzelner großer Kristalle auf Kosten der übrigen gefördert. Ein ähnlicher Einfluß der Verunreinigungen[1] ist bei Wolfram bekannt und technisch zur Herstellung von Kristallen verwertet worden. Die Entstehung großer Kristalle wäre danach so zu erklären, daß zu einer derart weitgehenden Sammelkristallisation nicht nur die Temperatur eine bestimmte Höhe erreichen, sondern auch die durchschnittliche Korngröße unter einer gewissen Grenze bleiben muß[2].

[1] Z. Jeffries und R. S. Archer: The Science of Metals, New York 1924, S. 106.

[2] H. Alterthum, Z. phys. Chem. Bd. 110, S. 1/16. 1924.

4. Die Röntgenaufnahmen (Abb. 1 bis 9) geben auch einen guten Überblick über die Anordnung der Gitterteilchen in den untersuchten Proben.

In den gezogenen Drähten aller drei Reinheitsgrade stellen sich die Gitterteilchen, wie aus der Aufteilung der Interferenzkreise und der sternförmigen Figur in Abb. 1 und 5 hervorgeht, mit einer Würfeldiagonale parallel zur Drahtachse ein. Diese Gleichrichtung ist stets mit einer erheblichen Streuung behaftet, die bei allen drei Reinheitsgraden annähernd gleich groß ist.

Bei der Rekristallisation macht sich ein starker Einfluß des Reinheitsgrades auf die Kristallanordnung bemerkbar. Beim reinen Material bleibt, wie Abb. 2 bis 4 zeigen, die Gleichrichtung der Gitterlagen bis zu den höchsten Temperaturen herauf gut erhalten. Außerdem tritt, wie das Auftreten neuer Häufungsstellen auf den Interferenzkreisen in Abb. 3 zeigt, unmittelbar nach der Rekristallisation auch eine neue Lage auf[1], bei der die Gitterteilchen mit einer Würfelkante der Drahtachse parallel liegen, und die im ungeglühten Draht höchstens andeutungsweise vorhanden ist. Auch bei den Vorversuchen, die in den Versuchsbedingungen etwas abweichend waren, trat diese Rekristallisationslage gleichartig auf. Bei Al 98,7 entsteht dagegen, wie aus Abb. 6 hervorgeht, schon bei der Rekristallisation weitgehende Unordnung, und nach dem Glühen bei höheren Temperaturen ist die Gleichrichtung fast verschwunden[2]. Bei Al 99 bleibt wohl die Anordnung der Gitterteilchen des gezogenen Drahtes nach dem Glühen teilweise erhalten; eine neue Lage entsteht jedoch nicht in merklichem Maße.

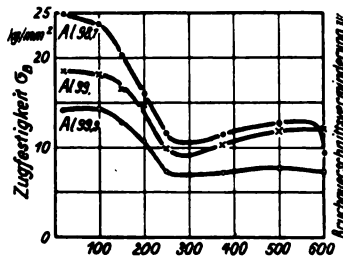


Abb. 10. Zugfestigkeit.

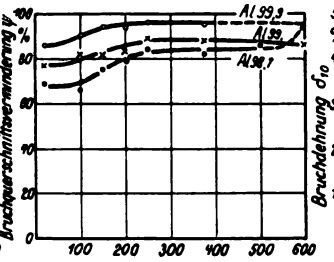


Abb. 11. Bruchquerschnittsverminderung.

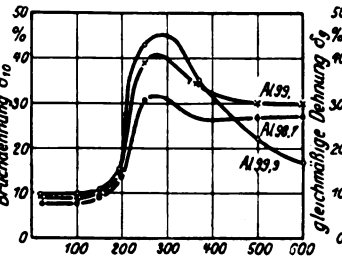


Abb. 12. Bruchdehnung.

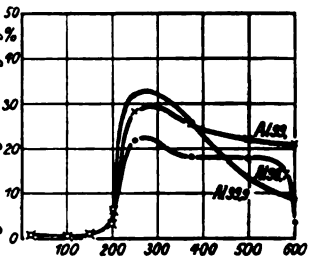


Abb. 13. Gleichmäßige Dehnung.

Abb. 10 bis 13. Festigkeitseigenschaften von Aluminium verschiedenen Reinheitsgrades, gezogen von 5 mm auf 0,97 mm = 96,2% Querschnittsabnahme und geglüht bei verschiedenen Temperaturen ¼ St. Oberhalb 250° C abgeschreckt in H_2O.

Mechanische Eigenschaften.

Abb. 10 bis 13 geben die Festigkeit σ_B, die Bruchquerschnittsverminderung ψ, die Bruchdehnung δ_{10} (bezogen auf eine Meßlänge gleich dem 10fachen Dmr.) und die gleichmäßige Dehnung δ_g in Abhängigkeit von der Glühtemperatur wieder.

1. Durch halbstündiges Glühen bis 100° C werden die mechanischen Eigenschaften stark kaltverformten

[1] Vgl. R. Glocker und E. Kaupp: Z. Metallkunde Bd. 16, S. 377/79. 1924.

[2] Der Umstand, daß die Proben Al 99,9 und Al 98,7 trotz der verschiedenen Anordnung der Kristalle in geglühtem Zustande die gleiche Anordnung nach dem Ziehen besitzen, zeigt, daß hier die Vorgeschichte des Drahtes auf den Zustand nach der starken Beanspruchung des Ziehens von geringem Einfluß ist.

Digitized by Google

Aluminiums unabhängig vom Reinheitsgrade nur wenig verändert[1].

2. Zwischen 100 und 150° C tritt eine starke Veränderung der Festigkeitseigenschaften ein. Die Entfestigung setzt also auch beim reinsten Aluminium schon erheblich unterhalb derjenigen Temperatur (~ 225° C) ein, bei der sich im Röntgenbild die ersten Veränderungen im Sinne einer Rekristallisation erkennen lassen[2].

Bei 250 bis 300° C liegt ein Mindestwert der Festigkeit (Abb. 10) und ein Höchstwert der Dehnung[3] (Abb. 12 und 13) bei allen drei Sorten. Die Bruchquerschnittsverminderung (Abb. 11) steigt etwas an, ist jedoch im ganzen wenig empfindlich.

Während bei Mischkristallen die Entfestigung im allgemeinen bei höheren Temperaturen eintritt als bei den reinen Stoffen[4], hat der Reinheitsgrad bei Aluminium also keinen merklichen Einfluß auf den Verlauf der Entfestigung. Es ist demnach zu vermuten, daß bei Al 99,9 die hauptsächlich vorhandenen Verunreinigungen (Fe und Si) nicht mehr vollständig in den Mischkristall eingehen, sondern Aluminium bei Raumtemperatur schon bei geringeren Gehalten gesättigt ist.

3. Die Wärmebehandlung bei Temperaturen über 300° C hat eine Härtung des Aluminiums, d. h. eine Erhöhung der Festigkeit und Verringerung der Dehnung zur Folge[5]. Die Härtung ist bei Al 98,7 und 99 recht erheblich, da die Festigkeit der von 500° C abgeschreckten Proben rd. 25% höher ist als die Festigkeit der bei 250 und 375° C geglühten. Aber auch bei Al 99,9 ist noch nach Abb. 10 eine geringe Härtungswirkung vorhanden.

Auch dieser Umstand spricht dafür, daß die in Al 99,9 enthaltenen Verunreinigungen bei Raumtemperatur teilweise nicht mehr in fester Lösung stabil sind. Der wirksame Bestandteil dürfte das Silizium sein, von dem in Aluminium demnach weniger als 0,01% bei Raumtemperatur löslich sind[1].

4. Glühen oberhalb 375° C hat weitere Änderungen der Festigkeitseigenschaften zur Folge, die mit der zu Beginn beschriebenen Kornvergröberung in naher Beziehung stehen.

Bei Al 99,9 äußert sich die allgemeine Kornvergröberung mit zunehmender Temperatur in einem starken Abfall der Dehnungen δ_{10} und δ_g. Dagegen werden die Festigkeit σ_B und Bruchquerschnittsverminderung ψ kaum beeinflußt. Eine eigentliche Materialverschlechterung bedeutet die Kornvergröberung im Falle des Aluminiums im Gegensatz zu anderen Stoffen[2] aber danach nicht, da der Stoff weder spröder noch weniger tragfähig geworden ist.

Der Abfall der (gleichmäßigen) Dehnung erklärt sich zwanglos aus der hohen Ungleichmäßigkeit der grobkörnigen Zerreißproben[3], die in Abb. 14 gut zum Ausdruck kommt. Auch hier zeigt sich, daß die Dehnung nur mit großer Vorsicht als technologische Güteziffer verwendbar ist.

Abb. 14. Zerrissene Drähte von Aluminium verschiedenen Reinheitsgrades, das bei verschiedenen Temperaturen geglüht wurde.

Bei Al 99 bleiben die Festigkeitseigenschaften entsprechend den geringen Gefügeänderungen, die auch die Zerreißproben Abb. 14 zeigen, bis zu den höchsten Glühtemperaturen nahezu unverändert.

Das gleiche ist bei Al 98,7 bis 500° C der Fall. Die bei 600° C geglühten Proben reißen jedoch, wie Abb. 14 zeigt, in den groben Kristallen, die vereinzelt im sonst feinkörnigen Stabe liegen und die sich stark elliptisch abflachen und in der Einschnürung zu einer Schneide ausziehen. Dementsprechend ist wohl die Bruchdehnung verhältnismäßig groß, die gleichmäßige Dehnung der tragfähigeren feinkörnigen Teile aber gering. Die Festigkeit der bei 600° C geglühten Proben von Al 98,7 ist erheblich geringer als die der bei 500° C geglühten.

Die Untersuchung ist mit Unterstützung der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaften durchgeführt worden, der hierfür bestens gedankt sei.

[1] Vgl. P. Ludwik: Int. Z. Metallogr. Bd. 8, S. 55/67. 1916; H. C. H. Carpenter und J. Taverner: J. Inst. Met. Bd. 18, S. 115/55. 1917, II; H. C. H. Carpenter und C. C. Smith: J. Inst. Met. Bd. 29, S. 29/70. 1923, I.

[2] Vgl. G. Sachs u. E. Schiebold: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 400/02. 1925.

[3] O. Bauer und O. Vogel: Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 33, S. 146/98. 1915; H. Röhrig: Z. Metallkunde Bd. 16, S. 265/70. 1924; G. Sachs und E. Schiebold: a. a. O.

[4] F. Saeftel und G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 155/61, 258/64, 294/98. 1925.

[5] O. Bauer und O. Vogel: a. a. O.

[1] Vgl. G. Masing und C. Haase: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 5/2, S. 183/92. 1926; W. Köster und F. Müller: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 52/57. 1927.

[2] Vgl. G. Sachs und G. Fick: Der Zugversuch, S. 119. Leipzig 1926.

[3] G. Sachs: Ber. Werkstoffausschuß V. D. E. Nr. 58. 1925.

Digitized by Google

Festigkeitseigenschaften von Metallkristallen.

Von Frhrn. v. Göler und G. Sachs[1].

Die Eigenschaften der Metalle, soweit sie nicht allgemeines physikalisches Interesse gefunden haben, bilden den Inhalt eines besonderen Wissenschaftszweiges von erheblicher technischer Bedeutung, der Metallkunde. Die Metallkunde läßt sich in ihrer Vielseitigkeit am besten mit der Mineralogie vergleichen. Beide entnehmen ihre Grundlagen der Physik, Chemie, physikalischen Chemie, Kristallographie und Mechanik und suchen mit deren Hilfe eine gewisse Ordnung in die große Mannigfaltigkeit der Erscheinungen ihres Gebietes hineinzubringen.

Wenn auch die Metallkunde noch weit davon entfernt ist, eine wirklich exakte Wissenschaft zu sein, so ist doch besonders in den letzten Jahren der rein beschreibende Zustand in verschiedenen Teilgebieten überwunden worden. Die planmäßige Herstellung und Untersuchung einzelner Kristalle, sowie die Erforschung des Gitterbaues und von Kristallanordnungen, besonders mit Hilfe von Röntgenstrahlen, bedeuten die Einführung moderner physikalischer Vorstellungen und Methoden in die Metallkunde. Auf der anderen Seite ist durch mathematische und analytische Durchdringung der technologischen Formgebung und Materialprüfung ein verstärker Zusammenhang mit den bewährten Verfahren der Mechanik geschaffen worden.

Es ist nicht möglich, im Rahmen eines kurzen Referates über den gegenwärtigen Stand der gesamten Metallkunde zu berichten. Es sei uns daher gestattet, Ihnen hier im wesentlichen nur eine Beschreibung einiger Arbeitsverfahren zu geben, die zu Zeit in unserem Institut bei Untersuchungen an einzelnen Kristallen Anwendung finden, und am Beispiele des Zugversuches an Aluminiumkristallen zu zeigen, in welcher Weise eine physikalische Behandlung verwickelter technologischer Verformungsvorgänge durchgeführt werden kann.

Die Herstellung einzelner Kristalle.

Für physikalische und mechanische Untersuchungen an einzelnen Kristallen müssen diese in der Regel in Form prismatischer oder zylindrischer Stäbchen vorliegen. Von den meisten Stoffen, besonders den Metallen, kommen Kristalle in den für einwandfreie Versuche benötigten Abmessungen in der Natur nicht vor. Der rasche Fortschritt der Metallkunde in den letzten Jahren hat daher auch die Entwicklung einer Reihe verschiedener Verfahren zur Züchtung von Kristallen mit sich gebracht. Man kann heute von vielen Metallen und auch Legierungen einzelne Kristalle in Form dünner Drähte, dicker Stangen, Bleche oder beliebig gestalteter Klötze herstellen („Einkristalle").

Die Verfahren zur Kristallherstellung sind entweder solche, bei denen Kristalle sich aus einer anderen Phase niederschlagen oder solche, bei denen eine Umwandlung feinkristalliner Aggregate im festen Zustande vor sich geht. Viel angewandt wird das Schmelzflußverfahren. Hierbei sind zwei verschiedene Wege eingeschlagen worden, einmal langsames Erstarren in Gefäßen, das andere Mal durch Herausziehen eines Kristallfadens aus der Schmelze[1]. Die Züchtung von Kristallen im festen Zustande kann auf zwei grundsätzlich verschiedene Arten erfolgen. Entweder wird das Material um geringe Beträge verformt und dann auf bestimmte Temperaturen erhitzt, oder die Probe wird nahe dem Schmelzpunkt längere Zeit geglüht. Auf dem letzten Wege wurden erstmalig Metallkristalle, und zwar Wolframkristalle für Glühlampenfäden, planmäßig hergestellt[2].

Im Institut sind das Schmelzflußverfahren und das Rekristallisationsverfahren zur Erzeugung von Metallkristallen, vor allem auch von Legierungskristallen, herangezogen worden.

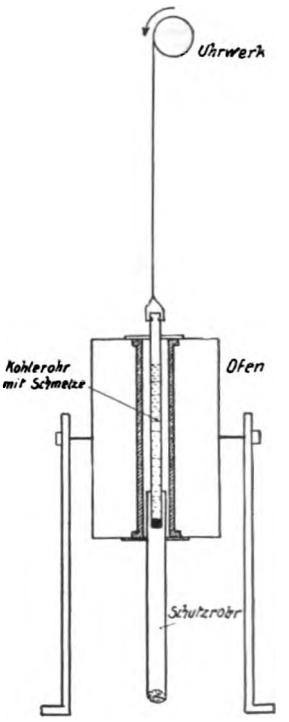


Abb. 1. Herstellung von Kristallen durch langsame Erstarrung.

Das Verfahren der langsamen Erstarrung ist zuerst von Tammann[3] beschrieben und dann besonders von Bridgman[4] zu hoher Vollkommenheit gebracht worden. Ein Rohr aus Glas, Quarz oder Kohle wird, wie Abb. 1 zeigt, mit der Schmelze gefüllt und in einem senkrecht stehenden Ofen durch einen Elektromotor oder ein Uhrwerk langsam herabgesenkt. Auf diese Weise haben wir Kristallstäbe aus Kupfer und Messing von 1 cm Durchmesser und 25 cm Länge hergestellt[5]. Die Schmelze kann auch durch Vakuum hochgesaugt werden[6]. Der letzte Weg gibt für niedrigschmelzende Stoffe besonders dichte Kristalle. Abb. 2 zeigt die Laueaufnahme eines Spaltstückes von einem auf diese Weise hergestellten Mischkristall mit 48% Wismut und 52% Antimon.

Nach dem Rekristallisationsverfahren, das von Carpenter und Elam[7] ausgearbeitet worden ist, können z. B. Aluminiumkristalle nach folgender Vorschrift hergestellt werden: 1. Ziehen oder Walzen des angelieferten Materials und Fertigstellung der Probestäbe, 2. Glühen

[1] Original: Z. techn. Phys. Bd. 8, S. 586. 1927. Nach einem Referat von G. Sachs, erstattet auf dem Physikertag in Kissingen am 22. Sept. 1927.

[1] J. Czochralski: Z. phys. Chem. Bd. 92, S. 219/21. 1918.

[2] D. R.-P. 291994 (Orbig und Schaller); s. W. Böttger: Z. Elektrochem. Bd. 23, S. 121/26. 1917.

[3] G. Tammann: Lehrbuch der Metallographie, 2. Aufl., S. 13. Leipzig 1921.

[4] P. W. Bridgman: Proc. Am. Acad. Arts Sci. Bd. 60, S. 306/83. 1925.

[5] G. Sachs und H. Shoji: Z. Phys., Bd. 45. 1927. S. 776—796.

[6] H. Seng: Mitt. Materialpr.-Amt N. F. H. 5. 1927.

[7] H. C. H. Carpenter und C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. Bd. 100 A, S. 329/53. 1921; vgl auch R. Karnop und G. Sachs: Z. Phys. Bd. 42, S. 283/311. 1927.

Digitized by Google

bei 550°, 6 St. zur Beseitigung der Vorbehandlung und Herstellung eines feinkörnigen Zustandes, 3. Dehnen in einer Zerreißmaschine um etwa 2% zur Erzielung günstiger Kernbildung bei Erhitzung, 4. 6 Tage Glühen bei stetig von 450 bis 550° ansteigender Temperatur, 5. Nachglühen bei 600°, 1 St. zur Beseitigung von kleinen, an

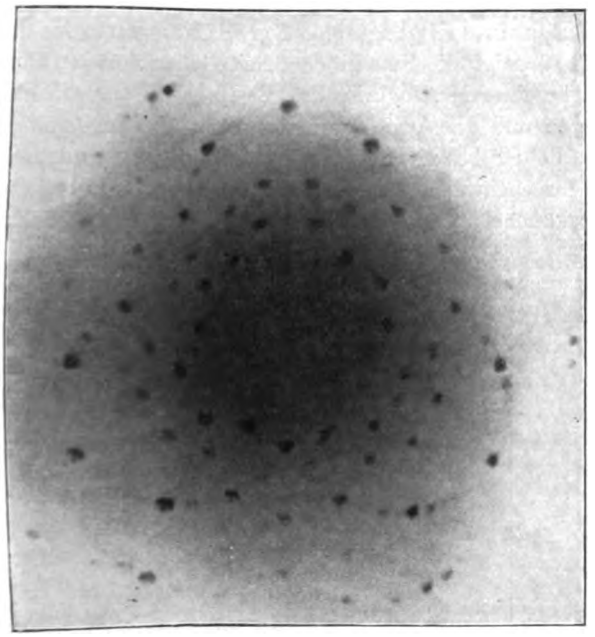


Abb. 2. Laueaufnahme eines Wismut-Antimon-Mischkristalls.

der Oberfläche zurückbleibenden Kristallen. In fast gleicher Weise haben wir neuerdings Kristalle von Aluminiumlegierungen hergestellt, um an diesen den technisch wichtigen Veredlungsvorgang zu studieren[1].

Die Bestimmung der Kristallorientierung.

Die physikalischen Eigenschaften sind Funktionen der Kristallorientierung. Da die äußere Gestalt der künstlich hergestellten Kristalle nichts über die Gitterlage aussagt, muß die Orientierung des Kristallstäbchens bestimmt werden.

Bei den meisten Metallkristallen fehlen äußere kristallographische Merkmale ganz oder sind unvollkommen oder lassen sich nur unter Störung der Eigenschaften herstellen. Äußerlich erkennt man den einheitlichen Aufbau aus dem Schmelzfluß gewonnener Kristalle häufig, wie Abb. 3 an einem Messingkristall zeigt, an den regelmäßigen, „dendritischen" Oberflächenzeichnungen, die besonders bei verunreinigtem Material auftreten, und an den gesetzmäßig eingelagerten Erstarrungshohlräumen. Durch Ätzen können diese Erscheinungen deutlicher gemacht werden. Die Orientierung von Kristallstäben kann jedoch nicht nach dem üblichen kristallographischen Verfahren mit Hilfe eines Goniometers, sondern muß auf andere Weise optisch oder röntgenographisch festgestellt werden.

Kristallographische Reflexe weist auch ein beliebig geformter Kristall auf, besonders wenn er mit geeigneten Mitteln kräftig angeätzt wird. Dabei entstehen auf seiner Oberfläche facettenartig niedrig indizierte Kristallflächen. Die Orientierung solcher Kristalle kann dann durch das in seiner Einfachheit bestechende Verfahren von Bridgman[1] bestimmt werden. Der Kristall wird in eine radial durchbohrte Holzkugel gesteckt, und die Reflexion einer scharfen Lichtquelle — am besten der Sonne — durch Bewegen und Drehen der Kugel am Kristall und gleichzeitig an einem auf der Rückseite angekreideten Spiegel eingestellt. Reflektieren Kristall und Spiegel gleichzeitig, so tangiert der Spiegel die Kugel im Pol der reflektierenden Kristallfläche, der sich bei Berührung des Spiegels und der Kugel auf dieser markiert. Versieht man die Kugel mit einem Winkelnetz, so können die gewünschten Winkel unmittelbar abgegriffen werden.

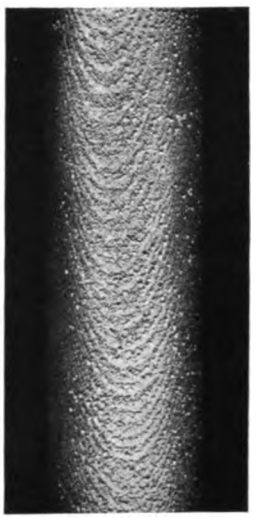


Abb. 3. Messingkristall, dendritisch erstarrt und mit Hohlräumen (zweifach vergrößert).

Bei angeätzten Aluminiumkristallen entstehen auch im Polarisationsmikroskop mit eingeschalteten Gipsplättchen äußerst lebhafte Polarisationsfarben, die ebenfalls für die Orientierungsbestimmung brauchbar sind[2].

Ferner läßt sich aus einer einzigen Laueaufnahme die Orientierung bestimmen[3]. Man mißt einige Zonenkreise der Aufnahme aus und sucht in stereographischer Projektion einen Zonenkreis durch Drehung auf den Grundkreis zu bringen und ihn durch Vergleich mit Schablonen zu identifizieren.

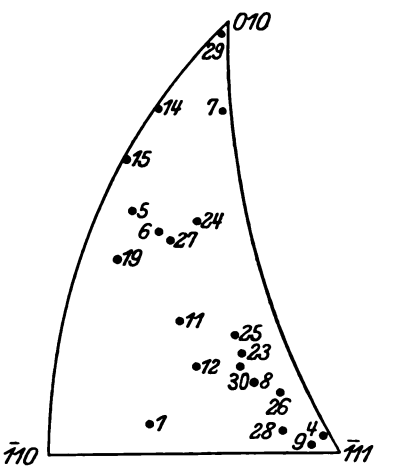


Abb. 4. Orientierung der untersuchten Aluminiumkristallstäbe.

Diese Verfahren sind für unverformte Kristalle geeignet. Bei deformierten Kristallen muß man zur Anwendung monochromatischer Röntgenstrahlung übergehen.

Für die Darstellung der Orientierung bedient man sich in neuerer Zeit besonders der mit Hilfe der stereographischen Projektion in die Ebene abgebildeten „Pol-

[1] G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 18, S. 209/12. 1926.

[1] P. W. Bridgman: a. a. O.

[2] G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 299/300. 1925.

[3] E. Schiebold und G. Sachs: Z. Kristallogr. Bd. 63, S. 34/48. 1926.

Digitized by Google

kugel" mit Winkelnetz. Die Darstellung kann so erfolgen, daß man im ganzen drei Oberflächenpunkte der Polkugel als Pole von Kristallrichtungen festhält und den Ausstichpunkt der Stabachse — und nötigenfalls einer weiteren Bezugsrichtung im Stabe — als Repräsentationspunkte einträgt. Abb. 4 zeigt die Orientierung einer Anzahl von Aluminiumkristallen in dieser Darstellung, deren Verhalten beim Zugversuch untersucht wurde. Das umschriebene sphärische Dreieck erschöpft im vorliegenden Falle die Mannigfaltigkeit möglicher Orientierungen.

Gleiten und Schubspannung.

Bei der Kristalldeformation wird die Wirksamkeit kristallographischer und mechanischer Gesetze verdeckt durch physikalische Eigenschaftsänderungen, die sich bisher größtenteils einer exakten Behandlung und Deutung entziehen. Bei der Durchführung von Versuchen

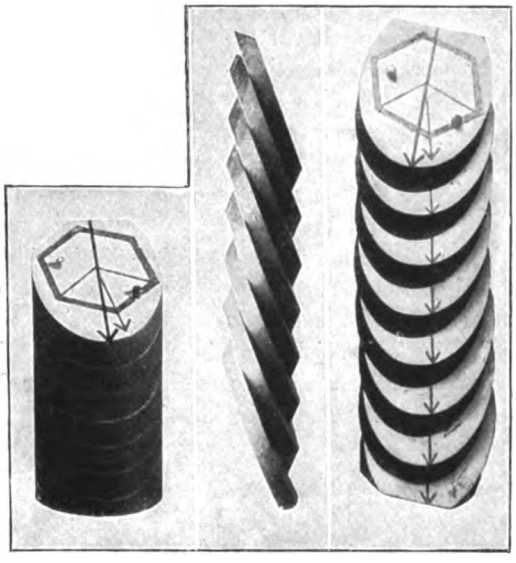


Abb. 5. Modell von Mark-Polanyi-Schmid zur Veranschaulichung des Dehnungsmechanismus von Zinkkristallen bei Zugversuchen.

kommen noch die Schwierigkeiten in der Erzielung sauberer Versuchsbedingungen hinzu, z. B. bezüglich nebenspannungsfreier Einspannungen, Gleichmäßigkeit in der Zusammensetzung, dem Zustand und den Abmessungen der Versuchsproben usw., wodurch der Versuchsverlauf unter Umständen maßgebend beeinflußt wird. Eine weitere Schwierigkeit entspringt aus der häufigen Unstetigkeit der Gleitvorgänge.

Eine Kraftwirkung führt bei einem Stoff zunächst zu reversiblen, elastischen Verformungen. Mit wachsender Beanspruchung tritt dann entweder Bruch oder eine bruchlose, plastische, d. h. bleibende Verformung in zunehmendem Maße ein. Bei beiden Vorgängen lassen sich weitgehend gültige kristallographische Gesetze herausschälen, wonach bestimmte Kristallflächen und -richtungen für die Deformationsvorgänge eine besondere Rolle spielen. Dabei unterliegt der Kraftverlauf bei diesen kristallgeometrischen Lagenänderungen einfachen mechanischen Gesetzen, indem kritische Normal- und Schubspannungen die Trennungs- und Gleiterscheinungen regeln.

Bei Festigkeitsversuchen an hochschmelzenden Kristallen, wie Aluminium, Kupfer, Eisen usw., spielen Trennungsvorgänge eine untergeordnete Rolle. Die Gestaltsänderung eines Kristalls geht nach den Versuchen von Polanyi, Schmid u. a.[1] im wesentlichen, wie Abb. 5 veranschaulicht, durch Gleiten auf einem oder mehreren Systemen paralleler kristallographischer Flächen in kristallographischen Richtungen vor sich. Abb. 6 zeigt die Spuren der Gleitflächen auf der Oberfläche eines Messingkristalls. Bestimmend für das Einsetzen und die Aufrechterhaltung der Gleitbewegungen ist die Größe der Schubspannung auf der Gleitfläche in der Gleitrichtung. Ein beanspruchter Kristall gleitet also zunächst auf dem System, in dem diese Schub-

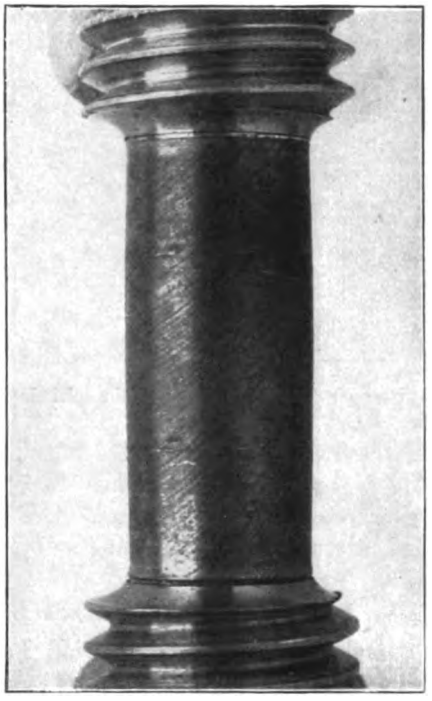


Abb. 6. Messingkristallstäbchen mit Gleitlinien nach abwechselnder Zug- und Druckbeanspruchung (2,5fach vergrößert).

spannung am größten ist. Wie das Experiment und geometrische Betrachtungen zeigen, ändert sich dabei die Kristallorientierung gegenüber dem Spannungsfeld solange, bis auf zwei Gleitsystemen die zum Gleiten erforderliche Schubspannung erreicht wird. Die einfache Gleitung wird dann durch einen verwickelten Vorgang abgelöst. Bei Aluminium z. B. tritt dann gleichzeitig oder abwechselnd in kleinen Stufen doppelte Gleitung auf zwei gleichwertigen Gleitsystemen ein.

Der Gleitwiderstand wächst auch mit zunehmender Abgleitung. (Als Abgleitung ist dabei die gegenseitige Verschiebung zweier Gleitflächen im Abstande 1 eingeführt[2].) Die Änderung der Kristallorientierung während eines Versuches hat außerdem zur Folge, daß sich rein geometrisch das Größenverhältnis zwischen der

[1] H. Mark, M. Polanyi und E. Schmid: Z. Phys. Bd. 12, S. 58/116. 1922; G. J. Taylor und C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. Bd. 102 A, S. 643/67. 1923; Bd. 108 A. S. 28/51. 1925; E. Schmid: Z. Phys. Bd. 40, S. 54/74. 1926.

[2] Frhr. v. Göler und G. Sachs: Z. Phys. Bd. 41, S. 103/15. 1927.

Digitized by Google

wirksamen Schubspannung und den Hauptspannungen ändert. Und zwar kann es sowohl kleiner als auch größer werden. Ersteres ist z. B. bei Zugversuchen die Regel, so daß der Anstieg der Zugspannung nicht allein eine wirkliche Eigenschaftsänderung, die Kristallverfestigung, sondern auch zum Teil ein Orientierungseffekt ist. Jedoch beträgt diese Orientierungsverfestigung meist nur einen Bruchteil der Gesamtverfestigung.

Wir können nunmehr davon ausgehen, daß die Wirksamkeit von Kristallflächen und -richtungen als Gleitflächen und -richtungen bekannt, und daß die Bedeutung der Schubspannung für den Gleitvorgang sichergestellt ist. Die bei einem Festigkeitsversuch unmittelbar feststellbaren technologischen Kennziffern müssen jedoch erst auf kristallographische Größen zurückgeführt werden. Darüber hinaus ergibt sich die Aufgabe, die Kraft- und Gestaltsverhältnisse bei einem Versuch vollständig aus den grundlegenden Eigenschaften des Kristalls abzuleiten.

Die Transformationsgleichungen des Zugversuches.

Wir wollen uns nun eingehender mit den Gesetzmäßigkeiten eines Zugversuches befassen. Bei einem Zugversuch können einerseits die Dehnung und die Gestaltsänderung, andererseits die Kraft bzw. die Zugspannung leicht experimentell verfolgt werden. Die Beziehung zwischen diesen und den kristallographischen Größen — der Abgleitung und den Koordinaten der Kristallage — kann bei einfacher Gleitung leicht geometrisch oder mit Hilfe von Transformationsgleichungen verfolgt werden. Die Koordinaten eines Punktes ξ_0, η_0, ζ_0 in einem Koordinatensystem, dessen ξ-Achse parallel der Gleitflächennormale, und η-Achse parallel der Gleitrichtung ist, werden nach einer Abgleitung um den Betrag $t \cdot \xi_0$ (vgl. Abb. 7):

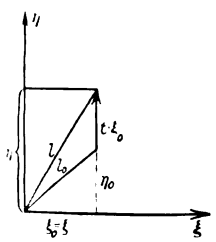


Abb. 7. Zur Ableitung der Transformationsgleichungen für einfache Gleitung.

$$\left.\begin{aligned} \xi &= \xi_0 , \\ \eta &= \eta_0 + t \cdot \xi_0 , \\ \zeta &= \zeta_0 . \end{aligned}\right\} \qquad (1)$$

Und die einzige Koordinatenänderung ist:

$$d\eta = \eta - \eta_0 = t \cdot \xi_0 . \qquad (2)$$

Wird die Anfangslage durch den Winkel φ_0 zwischen Gleitflächennormale und Stabachse und den Winkel ϱ_0 zwischen Gleitrichtung und Stabachse gekennzeichnet, so folgt aus dem Gleichungssystem (1), daß die Stabachse in der durch ihre ursprüngliche Lage und die Gleitrichtung bestimmten Gitterebene bleibt. Dabei ändert die Stabachse ihre Lage zur Gleitrichtung so, daß:

$$\frac{\sin\varrho}{\sin\varrho_0} = \frac{l_0}{l} = \frac{f}{f_0} , \qquad (3)$$

worin l_0, l die Längen und f_0, f die Querschnitte vor und nach der Verformung sind. Gleichung (3) sagt aus, daß die Stabachse sich durch die Gleitung der Gleitrichtung nähert und bei unendlich großer Abgleitung beide zusammenfallen würden. Die Abgleitung t ergibt sich zu:

$$t = \frac{\cos\varrho}{\cos\varphi} - \frac{\cos\varrho_0}{\cos\varphi_0} . \qquad (4)$$

Mit Hilfe der Transformationsgleichungen lassen sich auch die Gestaltsänderungen des Kristalls bei der Dehnung verfolgen. Danach wird z. B. ein anfänglich kreisrunder Querschnitt im Laufe des Zugversuchs elliptisch, wobei eine Querschnittsachse größer als der anfängliche Kreisdurchmesser werden muß. Das Experiment[1] ergab bei Aluminiumkristallen geringe systematische Abweichungen gegenüber der von der Theorie geforderten Gestalt. Die Ursache hierfür dürfte darin zu suchen sein, daß außer den aus mechanischen Überlegungen heraus zu erwartenden Gleitbewegungen auch auf anderen Systemen Gleitungen in geringem Maße vor sich gehen. Bei höheren Temperaturen versagen anscheinend bei Aluminiumkristallen die geometrisch-mechanischen Überlegungen, und der Gleitvorgang wird wesentlich verwickelter[2].

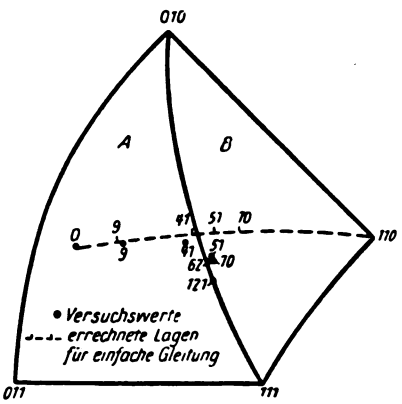


Abb. 8. Orientierungsänderung eines Aluminiumkristalls beim Zugversuch nach Taylor-Elam. (Die Zahlen geben die Dehnung an.) 121 = Endlage bei doppelter Gleitung.

Bei Zugversuchen an Kristallen höherer Symmetrie kommt die Stabachse im Verlauf der Gleitung in eine zu zwei Gleitsystemen symmetrische Lage. Unter der Voraussetzung, daß die bisher unwirksamen Gleitsysteme sich gleich stark verfestigt haben wie das wirksame, setzt sich bei Überschreitung der Symmetrielage ein zweites Gleitsystem in Aktion. Da jede kleine Gleitbewegung dt auf einem System nunmehr Einsetzen einer Gleitbewegung dt' auf dem anderen System und Zurückführung in die symmetrische Lage bewirkt, bewegt sich die Stabachse während einer solchen doppelten Gleitung auf der Symmetrieebene der beiden Gleitsysteme.

Ein solches Verhalten ist, wie Abb. 8 zeigt, von Taylor und Elam bei Aluminiumkristallen beobachtet und in dieser Weise gedeutet worden. Zur Berechnung führen wir ein neues gemeinsames Koordinatensystem X, Y, Z mit den Richtungskosinussen a_1, a_2, a_3 zur ξ-Achse, b_1, b_2, b_3 zur η-Achse ein, und entsprechend a_1', a_2', a_3', b_1', b_2', b_3' für das zweite Gleitsystem ξ', η'.

[1] R. Karnop und G. Sachs: Z. Phys. Bd. 41, S. 116/39. 1927.

[2] R. Karnop und G. Sachs: Z. Phys. Bd. 42, S. 283/301. 1927.

Digitized by Google

Wählen wir das Koordinatensystem entsprechend Abb. 9 so, daß die X-Achse senkrecht auf der ξ-Achse steht, so wird $a_1 = a_1' = 0$. Ist auch die Y-Achse symmetrisch zu beiden Systemen, so wird $a_3 = -a_3'$. Damit folgt

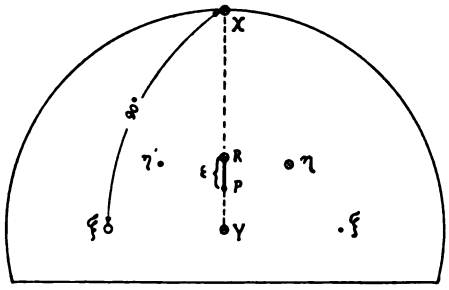


Abb. 9. Zur Ableitung der Transformationsgleichungen für doppelte Gleitung.

aus (2) für eine Abgleitung dt plus einer gleich großen dt' für die gesamten Koordinatenänderungen:

$$\left.\begin{aligned} dx &= 2\,dt \cdot y \cdot a_2 \cdot b_1 \\ dy &= 2\,dt \cdot y \cdot a_2 \cdot b_2 . \end{aligned}\right\} \qquad (4)$$

Wenn weiter in die Rechnung der Winkel zwischen der resultierenden Richtung R beider Gleitbewegungen und der Y-Achse eingeführt wird, dessen Tangente b_1/b_2 ist, und mit ε der Winkel zwischen R und der Stabachse bezeichnet wird, folgt schließlich:

$$\frac{dl}{l} = -\frac{df}{f} = -\cot\varepsilon \cdot d\varepsilon , \qquad (5)$$

$$\frac{l}{l_0} = \frac{\sin\varepsilon_0}{\sin\varepsilon} . \qquad (5a)$$

Ferner ergibt sich für die doppelte Abgleitung:

$$t = 2 \cdot a_2 \cdot b_2 \cdot \ln \cdot \left| \frac{1 - \cot\varepsilon \cdot \frac{b_2}{b_1}}{1 - \cot\varepsilon_0 \cdot \frac{b_2}{b_1}} \right| . \qquad (6)$$

Gleichung (5a) sagt aus, daß bei doppelter Gleitung allgemein die resultierende Richtung beider Gleitbewegungen für die Beschreibung der Längenänderung die

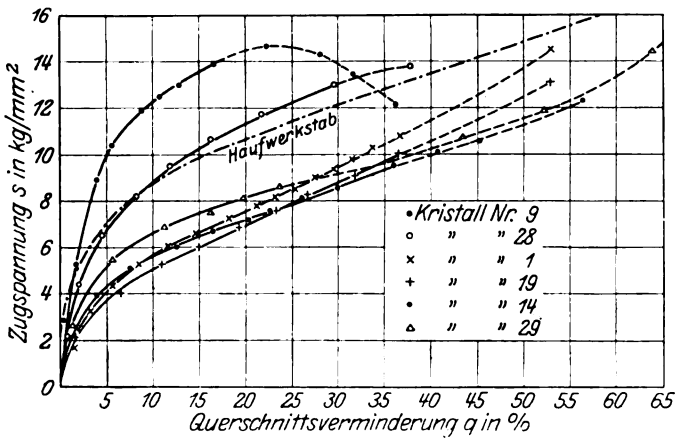


Abb. 10. Zugkurven verschiedener Aluminiumkristalle.

gleiche Bedeutung hat wie bei einfacher Gleitung die Gleitrichtung [vgl. Gleichung (3)]. Für die Gleitrichtung gilt aber bei einfacher Gleitung noch die Beziehung, daß die ihr parallelen Strecken ihre Länge nicht ändern wie alle Strecken in der Gleitfläche. Bei doppelter Gleitung bleiben aber, wie leicht einzusehen ist, nur solche Strecken erhalten, die in Richtung der Schnittkante beider Gleitflächen verlaufen.

Diese beiden Eigenschaften der Gleitrichtung verteilen sich also bei doppelter Gleitung im allgemeinen auf zwei Richtungen. Im Sonderfalle jedoch, daß die Gleitrichtungen beider Gleitsysteme zusammen in die Schnittgerade fallen, muß diese die beiden kennzeichnenden Eigenschaften der Gleitrichtung bei einfacher Gleitung haben. Der Fall entspricht dann vollkommen einer Stäbchengleitung, wie sie Taylor und Elam an Eisenkristallen[1] beobachtet haben.

Ein eindeutiger Rückschluß aus den Verformungen bei doppelter Gleitung auf die Gleitsysteme ist, falls keine äußeren Merkmale, wie Gleitlinien, vorliegen, nicht möglich. Im Falle des Eisens versagt auch dieses Merkmal.

Für regulär-flächenzentrierte Kristalle sind die Beziehungen zwischen den technologischen und den physikalischen Größen auf diese Weise[2] entwickelt, und zur bequemen Umrechnung Schablonen konstruiert worden.

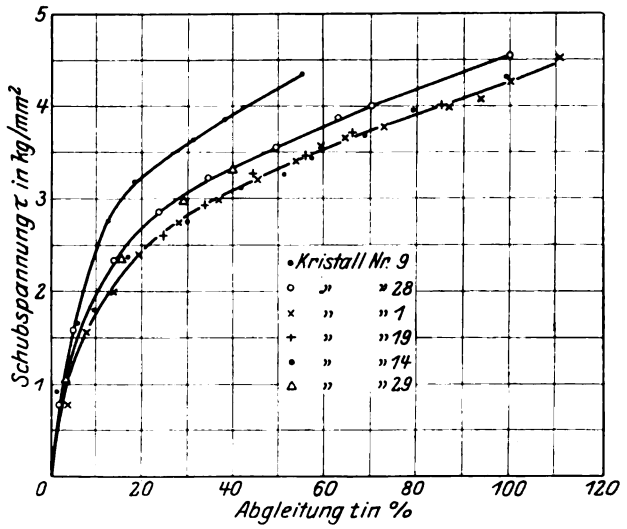


Abb. 11. Kurven der Schubspannung in Abhängigkeit von der Abgleitung verschieden orientierter Aluminiumkristalle.

Die Schubspannung ergibt sich noch aus der Zugspannung s einfach zu:

$$\tau = s \cdot \cos\varphi \cdot \cos\varrho . \qquad (7)$$

Wir haben danach die technologischen Kurven, Abb. 10, für verschieden orientierte Aluminiumkristalle umgerechnet und in der Schubspannungsabgleitungskurve, Abb. 11, eine, wie sich zeigt, nur wenig orientierungsabhängige Materialkurve festgestellt[3]. Schmid ist bei Zinkkristallen[4] im Gebiet einfacher Gleitung zum gleichen Ergebnis gekommen.

In der Schubspannungsabgleitungskurve liegt nunmehr eine allgemeine Materialkurve vor, die den weiteren Betrachtungen zugrunde gelegt werden kann.

Festigkeit und Dehnung.

Die quantitative Auswertung von Zugversuchen setzt nun weiter voraus, daß wirklich der vorgesehene homo-

[1] G. J. Taylor und C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. Bd. 112A, S. 337/61. 1926.
[2] Frhr. v. Göler und G. Sachs: a. a. O.
[3] R. Karnop und G. Sachs: a. a. O.
[4] E. Schmid: a. a. O.

Digitized by Google

gene Beanspruchungszustand verwirklicht ist. Es scheint jedoch in der Natur des Gleitvorganges oder der Unvollkommenheit des Kristallgitters[1] zu liegen, daß die Gleitung unstetig abläuft. Infolgedessen kommt es vor, daß ein Kristall sich zunächst erst an einer Stelle stark einschnürt und die Verformung sich dann erst über den ganzen Kristall fortpflanzt[2]. Für diesen Vorgang steht eine eigentliche Deutung noch aus. Ein verformter

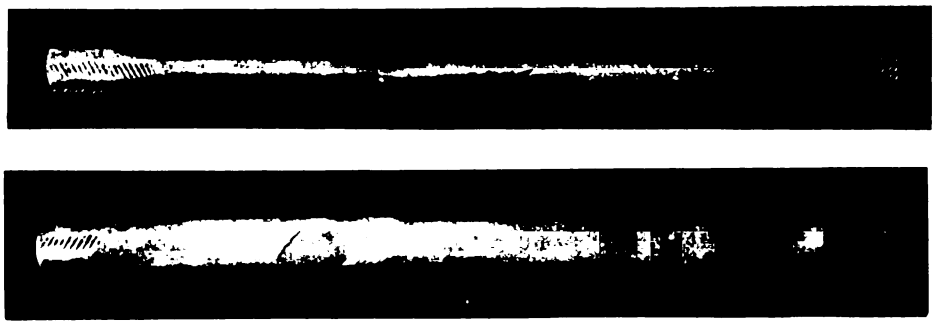


Abb. 12. Gedehnter Messingkristall, kurz vor dem Bruch (3/4 nat. Größe).

Kristall ist auch stets in mehr oder weniger gleichmäßigem Abstand in Gleitschichtenpakete aufgeteilt, die unter Umständen sehr grob werden können.

Abgesehen von diesen wahrscheinlich im Feinbau des Stoffes begründeten Unregelmäßigkeiten entsteht bei Zugversuchen regelmäßig nach einer gewissen Dehnung eine örtliche Einschnürung, die die Dehnung im wesentlichen abschließt. Falls kein kristallographisches Reißen erfolgt, zieht sich der Kristall dann in einen Fließkegel aus. Abb. 12 zeigt die eigenartige Einschnürung eines gedehnten Messingkristalls kurz vor dem Bruch. Dieser Vorgang kann anscheinend wie bei Zinkkristallen dadurch bedingt sein, daß der Gleitmechanismus sich im betreffenden Augenblick ändert. Eine Einschnürung muß aber bei homogener Zugbeanspruchung allgemein dann eintreten, wenn die Kraft beim Zugversuch durch einen Höchstwert geht. Denn solange die Last ansteigt, dehnen alle Querschnitte des Stabes mit, da jeder voreilende Querschnitt fester wird als die anderen. Sobald die Last abfällt, beschränkt sich dagegen die Verformung auf einen zufällig vorauseilenden Querschnitt. Die Erreichung der Höchstlast und der Beginn einer Einschnürung müssen also zusammenfallen. Der Vorgang der Einschnürung ist daher als Übergang in einen labilen Zustand faßbar[3]. Dies gilt jedoch nur, wenn nicht die Homogenität etwa durch Geschwindigkeitseinflüsse gestört ist, was in Wirklichkeit stets in stärkerem oder schwächerem Maße der Fall ist.

Die betrachteten Zusammenhänge setzen uns instand, die Abhängigkeit der Höchstlast und Dehnung von der Orientierung zu berechnen. Diese „Festigkeitskörper" ergeben sich zwangläufig an Hand der Höchstlastbedingung, wenn etwa die Schubspannungsabgleitungskurve als gegeben angenommen werden kann.

[1] Vgl. A. Smekal: Z. techn. Phys. Bd. 7, S. 535/44. 1926.
[2] H. Mark, M. Polanyi und E. Schmid: a. a. O.; C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. Bd. 115 A, S. 148/66. 1927.
[3] P. Ludwik: Elemente der technologischen Mechanik, S. 20. Berlin 1908; G. Sachs: Ber. Werkstoffausschuß V. D. E. Nr. 58. 1925.

Für verschieden orientierte Aluminiumkristalle fallen nach Abb. 13 die Schubspannungsabgleitungskurven größtenteils zusammen. Etwas überraschend ist hierbei, daß sich im Kurvenverlauf das Einsetzen doppelter Gleitung nicht bemerkbar macht. Kristallstäbe, deren Achsen in die Nähe einer Würfeldiagonale fallen, weisen allerdings bei ähnlichem Kurvenverlauf bis zu 10% höhere Schubspannungen auf. (Kristalle Nr. 4, 9 und 28 in Abb. 4.) Wir können jedoch von diesem Orientierungseinfluß absehen, da er sich nur in einem kleinen Orientierungsbereich bemerkbar macht und die Dehnung wenig beeinflußt.

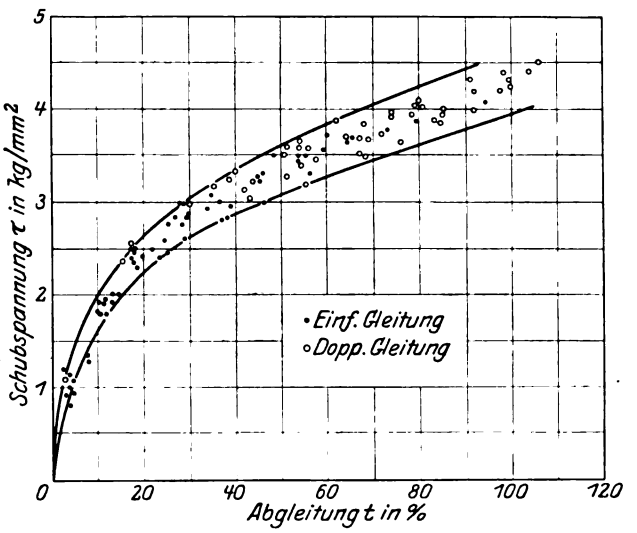


Abb. 13. Kurven der Schubspannung in Abhängigkeit von der Abgleitung von Aluminiumkristallen.

Die Mittelkurve durch die Versuchspunkte kann dann mit guter Annäherung durch die Gleichung wiedergegeben werden:

$$t = a \cdot \tau^3 = 0{,}0127 \cdot \tau^3. \tag{8}$$

Mit dieser Gleichung können wir nun die Festigkeit und Dehnung auf Grund der Höchstlastbedingung berechnen. Bedeutet P die augenblickliche Last, f den jeweiligen kleinsten Querschnitt und $s = P/f$ die auf den jeweiligen Querschnitt bezogene Spannung, so lautet die Höchstlastbedingung:

$$P = s \cdot f = \text{Maximum}, \tag{9}$$

$$\frac{ds}{s} + \frac{df}{f} = 0. \tag{9a}$$

Die Höchstlast oder Festigkeit eines einschnürenden Stabes ist danach ein durch die Mechanik des Zugver-

Digitized by Google

suches ausgezeichneter Wert der Zugspannung. Und auch die Dehnung ist durch die Erreichung der Höchstlast bestimmt. Dabei ist jedoch unter Dehnung abweichend vom technologischen Sprachgebrauch die Größe der gleichmäßigen Stabdehnung bis zum Einschnürbeginn verstanden.

Mit Hilfe der früher ermittelten rein geometrischen Beziehungen kann in der Höchstlastbedingung (9a) der Querschnitt f als Funktion der Anfangs- und der jeweiligen Orientierung ausgedrückt werden. Ebenso kann die Zugspannung geometrisch auf die jeweilige Schubspannung, und diese durch die empirische Beziehung (8) auf die Abgleitung, also ebenfalls auf die Orientierung,

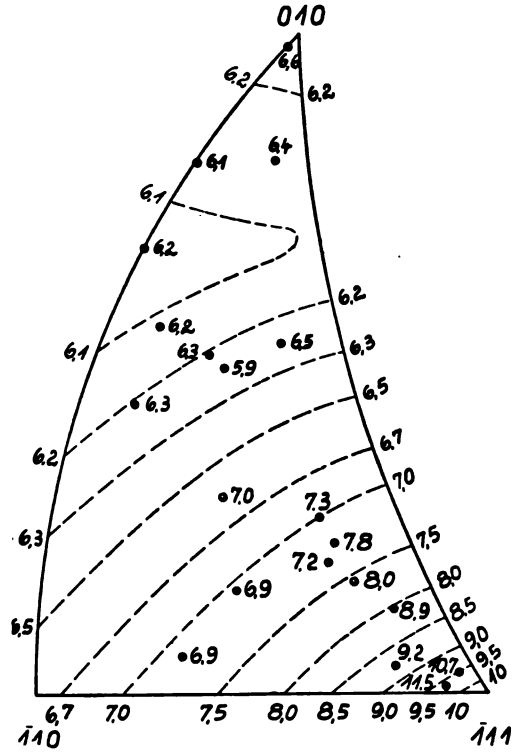


Abb. 14. Festigkeit von Aluminiumkristallen. (Die den Punkten beigefügten Zahlen geben Versuchswerte an.)

$$t_h = \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot \frac{1}{1 + \sin^2 \varepsilon_h \left(1 + \sqrt{\frac{1}{2}} \cdot \operatorname{tg} \varepsilon_h\right)}, \qquad (10)$$

wobei für $t = \sqrt{6} \ln \left| 1 + \sqrt{2} \cot \varepsilon_0 \right| - \sqrt{6} \ln \left| 1 + \sqrt{2} \cot \varepsilon \right.$ gesetzt werden kann. (ε = Winkel zwischen Stabachse und resultierender Richtung beider Gleitbewegungen.) Nach Gleichung (10) kann man für eine Reihe von Höchstlastlagen die zugehörige vorangegangene Abgleitung berechnen.

Da in Gleichung (10) die Anfangsorientierung direkt nicht vorkommt, ist es gleichgültig, ob die Abgleitungen vollständig auf der Symmetralen zurückgelegt werden oder zum Teil als einfache Gleitung. Es kommt lediglich

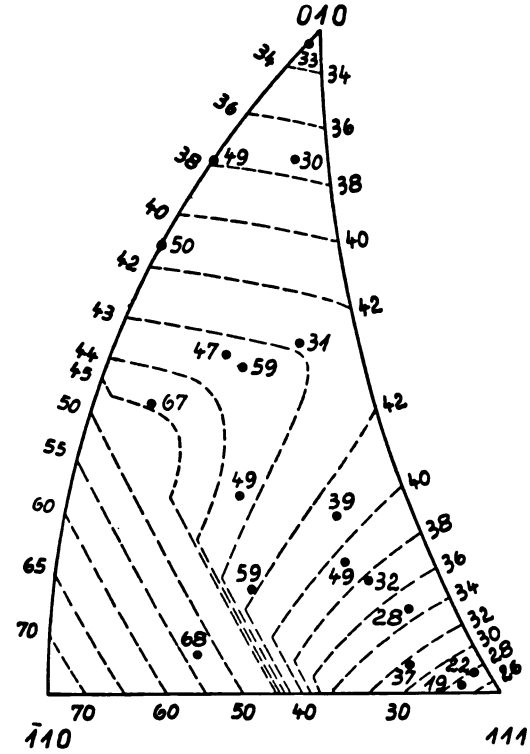


Abb. 15. Gleichmäßige Dehnung von Aluminiumkristallen. (Die den Punkten beigefügten Zahlen geben Versuchswerte an.)

zurückgeführt werden. Durch die Höchstlastbedingung wird also mit jeder gegebenen Anfangslage eine Lage verknüpft, bei der der Kristallstab die Höchstlast erreicht.

Bei der Durchführung der Rechnung ist zu berücksichtigen, daß das Einsetzen doppelter Gleitung sich zwar in der Schubspannungsabgleitungskurve nicht bemerkbar macht, daß jedoch die Umrechnung auf die Orientierung nach verschiedenen Formeln erfolgen muß, je nachdem sich der Kristall im Bereich einfacher oder doppelter Gleitung befindet. Berechnet man nun im vorliegenden Falle die Höchstlastlage des Kristalls in der Rhombendodekaederlage 110, Abb. 4, der von allen Orientierungen den längsten Weg bei einfacher Gleitung zurücklegt, so zeigt es sich, daß er erst auf der Symmetralen seine Höchstlast erreicht. Es ergibt sich also, daß im Bereich einfacher Gleitung die Höchstlastbedingung für keinen Kristall erfüllt wird.

Wir stellen daher zunächst die Höchstlastbedingung für Kristalle auf, die anfänglich und daher auch dauernd auf der Symmetralen liegen, und erhalten nach einiger Rechnung die Formel:

darauf an, daß der Kristall im Höchstlastpunkt ε_h die Abgleitung t_h insgesamt erfahren hat. Wir berechnen daher die Orientierung aller der Kristalle, die unter einfacher Gleitung auf der Symmetralen die Höchstlastabgleitung erreichen. Hierbei ergibt sich, daß nicht das ganze Lagendreieck erfüllt wird. Es bleibt ein Lagengebiet in größerer Entfernung von der Symmetralen unerfaßt. Für diese Kristalle wird aber unter der Annahme einfacher Gleitung der Höchstlastpunkt erst jenseits der Symmetralen erreicht sein. Andererseits ist, wenn doppelte Gleitung einsetzt, die Lastkurve bereits auf dem absteigenden Ast angelangt. Wir haben daher beim Einsetzen doppelter Gleitung in der Lastkurve theoretisch eine Spitze und praktisch den Höchstlastpunkt anzunehmen.

Die zu jeder Anfangslage zugehörige Höchstlastlage ist damit erfaßt, und aus beiden können Festigkeit und Dehnung errechnet werden. Die Ausrechnung wurde für eine große Zahl von Lagen mit Hilfe von graphischen Schablonen durchgeführt[1]. Es ergeben sich schließlich

[1] Frhr. v. Göler und G. Sachs: a. a. O.

Digitized by Google

die in Abb. 14 und 15 dargestellten Schichtlinienbilder, in welche gleichzeitig die Versuchsergebnisse eingetragen sind. Abb. 16 und 17 geben ferner den Festigkeits- und Dehnungskörper wieder.

Die Versuchswerte für die Festigkeit, Abb. 14, stehen in ziemlich guter Übereinstimmung mit der rechnerisch ermittelten Orientierungsabhängigkeit. Nur in der Oktaederecke 111 sind die Versuchswerte bis etwa 10% größer als die rechnerischen, was mit der besprochenen Vernachlässigung des abweichenden Kurvenverlaufes dieser Kristalle zusammenhängt. Auch für den Kristall in der Würfellage liegt der experimentelle Wert etwas hoch. Bei diesen Kristallstäbchen weicht die Gleitrichtung ziemlich stark von der Richtung größter Schubspannung in der Gleitfläche ab. Dieser Umstand erklärt vielleicht ihren verhältnismäßig hohen Gleitwiderstand.

Die ermittelten Dehnungswerte, Abb. 15, streuen sehr stark, und ein Vergleich zwischen den Versuchsergebnissen und der Rechnung wird dadurch erschwert. Immerhin ist der Gang mit der Orientierung in groben Zügen übereinstimmend. Die kleinsten Dehnungswerte treten in der Oktaederecke 111, die größten in der Rhombendodekaederecke 110 auf. In der Zone 111 bis 010 liegt etwa in der Mitte ein Dehnungsmaximum, von dem aus die Dehnungswerte nach der Würfelecke 010 langsam, nach der Oktaederecke 111 schneller abfallen. Zahlenmäßig ergeben sich jedoch die Versuchswerte im Mittelfeld und in der Rhombendodekaederecke erheblich höher als die rechnerischen. Diese Abweichung ist vielleicht zum Teil auf einen vorläufig nicht faßbaren Geschwindigkeitseinfluß und auf die Unstetigkeit und den unsymmetrischen Ablauf der doppelten Gleitung zurückzuführen.

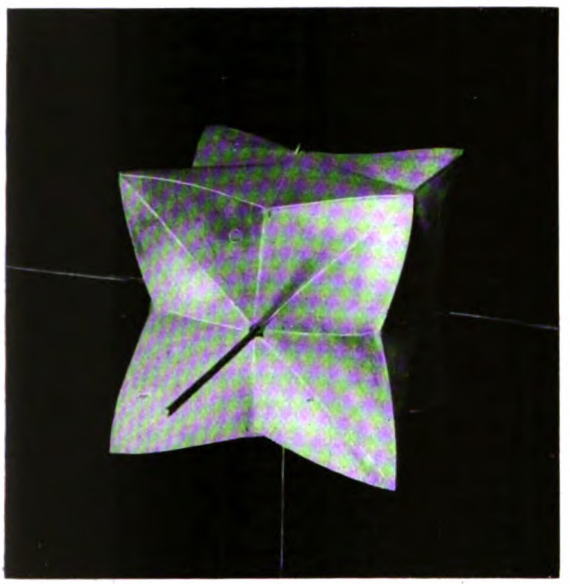


Abb. 16. Festigkeitskörper für Aluminiumkristalle.

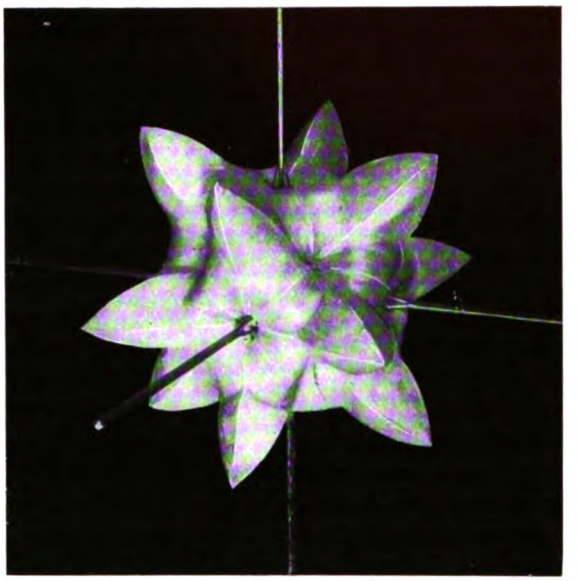


Abb. 17. Dehnungskörper für Aluminiumkristalle.

Zusammenfassung.

Die planmäßige Herstellung von Metallkristallen ist seit einigen Jahren nach verschiedenen Verfahren möglich. Es hat sich gezeigt, daß bei Bruch- und Verformungsvorgängen von einzelnen Kristallen bestimmte Kristallflächen und -richtungen eine besondere Rolle spielen. Die Trennungs- und Gleiterscheinungen werden von kritischen Normal- und Schubspannungen geregelt. Bei Zugversuchen an Aluminium- und Zinkkristallen im besonderen hat es sich gezeigt, daß in der Schubspannungsabgleitungskurve eine nur wenig orientierungsabhängige Materialkurve vorliegt. An Hand dieser Kurve können Festigkeit und Dehnung von beliebig orientierten Kristallen berechnet werden. Die Bedingung, daß die Last durch ein Maximum geht, und damit gleichzeitig die Dehnung abschließt, läßt sich rechnerisch behandeln und gestattet, Schichtlinienbilder aufzustellen, aus denen die theoretische Festigkeit und (gleichmäßige) Dehnung eines Kristalls entnommen werden können. Die Versuchswerte für die Festigkeit einer Anzahl von Kristallen decken sich gut mit den theoretischen. Nur Kristalle nahe einer Würfeldiagonalen oder Würfelkante besitzen etwas höhere Festigkeiten als berechnet. Die gemessenen Dehnungswerte streuen sehr stark. Im großen ganzen ist der Gang mit der Orientierung der gleiche wie berechnet. Bei den meisten Kristallen liegen jedoch die Versuchswerte wesentlich höher als die berechneten.

Der weitgehenden Unterstützung der Untersuchungen durch die Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft sei auch an dieser Stelle dankbar gedacht.

Digitized by Google

Die Ausdehnung des Zinks bei steigenden Temperaturen.

Von **O. Bauer** und **H. Sieglerschmidt.**[1]

Bereits Le Chatelier hat im Jahre 1890 beim Zink, auf Grund eines Knicks in der Kurve der Abhängigkeit des elektrischen Widerstandes von der Temperatur einen Umwandlungspunkt bei 330—340° angenommen. Mönkemeyer fand bei der Aufnahme von Abkühlungskurven einen deutlichen Haltepunkt bei 321°, Werner bestätigte den Haltepunkt, er fand ihn jedoch bei 300°. Nach Untersuchungen von Lastschenko liegt er zwischen 340 und 350°. Benedicks glaubt zwei weitere Umwandlungspunkte bei 270 und 170° gefunden zu haben. Sicher ist, daß Festigkeit, Härte, Dichte, Bearbeitbarkeit und noch einige andere physikalische Eigenschaften des Zinks sich bei obigen Temperaturen diskontinuierlich ändern.

Durch Aufnahme von Röntgenbildern mit sehr reinem Zinkpulver bei 20°, 115°, 220°, 295° und 400° konnten jedoch W. M. Pierce, E. A. Anderson und P. van Dyk (1925) keine Veränderungen der Röntgenstruktur nachweisen, zu demselben Ergebnis kamen auch J. R. Freemann, P. F. Brandt und F. Sillers (1926), so daß die Frage, ob die erwähnten Eigenschaftsänderungen mit Modifikationsänderungen zusammenhängen oder andere Ursachen haben (z. B. Einfluß von Verunreinigungen) wieder offen ist. Als weiteren Beitrag zu obiger Frage bestimmten wir die Wärmeausdehnung bei steigenden Temperaturen.

Zur Verwendung gelangte ein Zink „rein" von Kahlbaum. Die Analyse ergab jedoch, daß der Reinheitsgrad nur ein geringer war (s. Tab. 1).

Tabelle 1. Analyse des Zinks.

Kadmium	0,020%
Zinn	0,041%
Kupfer	0,013%
Eisen	0,017%
Blei	0,149%
Zink	99,760%

Zur Bestimmung der Wärmeausdehnung wurde der in der Zeitschrift für Instrumentenkunde[2] beschriebene Apparat von Sieglerschmidt verwandt. Der gegossene Probezylinder aus Zink hatte 30 mm Höhe und 30 mm Durchmesser, er war mit seinen planparallel geschliffenen Endflächen zwischen den Quarzplatten des Apparates gelagert. Zur Temperaturmessung diente ein in die axiale Bohrung des Probezylinders eingeführtes Thermoelement aus Silberkonstantan. Die Temperatur wurde in Stufen erhöht oder erniedrigt und hierbei die Heizung des Ofens so lange konstant erhalten, bis Wärmeausgleich eingetreten war. Ausgeführt wurden 5 Versuchsreihen. Die einzelnen Versuchsdaten sind in Tab. 2 zusammengestellt. Nach jeder Reihe kühlte die Probe wieder auf Zimmerwärme ab.

[1] Original: Meßtechnik IV. 7. 22. Juli 1928, S. 183.

[2] H. Sieglerschmidt: Apparat aus Quarzglas zur Bestimmung von Wärmeausdehnungszahlen bei hohen Temperaturen. Z. Instrumentenk. Bd. 45, S. 374/78. 1925.

Tabelle 2. Wärmeausdehnung der Zinkprobe.

Versuchsreihe Nr.	Temperatur in ° C t	Zunahme Δt	Ausdehnung in %[1] ε	Zunahme $\Delta\varepsilon$	Ausdehnungszahl $\beta = \frac{\Delta\varepsilon}{\Delta t} \cdot \frac{1}{100}$
1	17,3	—	0	—	—
	102,5	85,2	0,222	0,222	0,0000261
	152,1	49,6	0,384	0,162	327
	14,6	—137,5	—0,**010**	—0,394	286
2	14,6	—	—0,010	—	—
	156,9	142,3	0,401	0,411	0,0000288
	170,6	13,7	0,450	0,049	357
	183,3	12,7	0,495	0,045	354
	201,1	17,8	0,554	0,059	332
	16,3	—184,8	0,**002**	—0,552	298
3	16,3	—	0,002	—	—
	197,1	180,8	0,544	0,542	0,0000300
	223,3	26,2	0,641	0,097	370
	256,6	33,3	0,769	0,128	385
	12,9	—243,7	0,**017**	—0,752	309
4	12,9	—	0,017	—	—
	214,7	201,8	0,619	0,602	0,0000298
	191,3	— 23,4	0,545	—0,074	316
	171,7	— 19,6	0,480	—0,065	332
	152,7	— 19,0	0,419	—0,061	321
	15,1	—137,6	0,**033**	—0,386	280
5	15,1	—	0,033	—	—
	105,1	90,0	0,266	0,233	0,0000259
	149,1	44,0	0,412	0,146	332
	172,2	23,1	0,494	0,082	355
	201,7	29,5	0,595	0,101	343
	231,6	29,9	0,707	0,112	375
	268,9	37,3	0,852	0,145	389
	218,8	— 50,1	0,663	—0,189	377
	196,4	— 22,4	0,588	—0,075	335
	171,8	— 24,6	0,508	—0,080	325
	152,3	— 19,5	0,443	—0,065	333
	16,6	—135,7	0,**064**	—0,379	279

Bezieht man die berechneten Ausdehnungszahlen β auf die mittleren Temperaturen der zugehörigen Wärmestufen, so ergibt sich der in Abb. 1 eingetragene

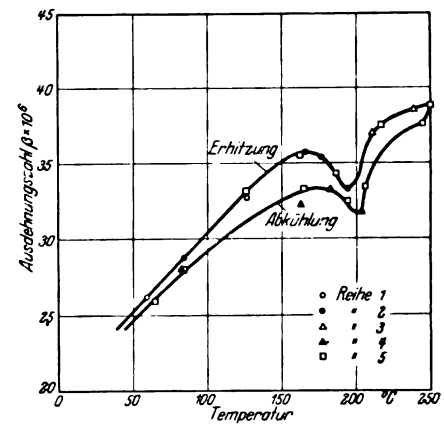


Abb. 1. Ausdehnungszahl β von Zink.

Linienzug für die Ausdehnung. Bei der Erhitzung ergaben sich durchweg höhere Werte für β als bei der Abkühlung.

[1] Mittels Martensscher Spiegelapparate in $^1/_{100000}$ cm gemessen.

Digitized by Google

Bei etwa 170° tritt bei der Erhitzung eine Unregelmäßigkeit in der Ausdehnung auf, die sich in einem Abfall, und von etwa 200° an in einem Wiederansteigen der Ausdehnungszahlen äußert, bei der Abkühlung hat die Kurve einen entsprechenden Verlauf.

Bei Temperaturen über 170° traten bleibende Längenänderungen des Zinks ein, wie die durch Fettdruck hervorgehobenen Ausdehnungszahlen in Tab. 2 und die Zusammenstellung in Tab. 3 erkennen lassen.

Die Anomalie in der Ausdehnungskurve scheint die Vermutung Benedicks, daß Zink bei etwa 170° eine Umwandlung durchmacht, zu bestätigen. Welchen Einfluß die Verunreinigungen auf die Unstetigkeit in der Ausdehnung haben, bleibt weiteren Untersuchungen vorbehalten.

Tabelle 3.

Reihe	1	2	3	4	5
Höchsterreichte Temperatur	152°	201°	257°	215°	268°
Ausdehnungsrest in %, bezogen auf 17,3° Anfangstemperatur	—0,005	0,004	0,026	0,037	0,065
Zunahme von Reihe zu Reihe in % . .	—	0,009	0,022	0,011	0,028

Über die mechanische Zwillingsbildung von Zinkkristallen.

Von **E. Schmid** und **G. Wassermann**[1].

Deutung der Nachdehnung als Translation entlang einer sekundären, durch mechanische Zwillingsbildung entstandenen Basisfläche. Bedeutung der mechanischen Zwillingsbildung für Deformation und Verfestigung.

Nachdehnung und mechanische Zwillingsbildung.

Die Dehnung von Zinkkristallen geht nach den Untersuchungen von H. Mark, M. Polanyi und E. Schmid[2] in der Weise vor sich, daß zunächst die hexagonale Basisfläche als Translationsfläche, die günstigst liegende diagonale Achse I. Art als Translationsrichtung auftritt. Gegen Ende dieser als „Hauptdehnung" bezeichneten Formänderung treten, wie dies auch Abb. 1 an zwei durch automatische Registrierung erhaltenen Dehnungskurven zeigt, unter Lastabfall kleine, ruckartige Weiterdehnungen auf, die von deutlich hörbarem Geräusch begleitet sind. Die weitere Dehnung der infolge der Hauptdehnung bandförmigen Kristalle erfolgt in der Regel durch Ausbildung einer Einschnürung — „Nachdehnung" — die nach meist nur kurzer Ausbildung durchreißt. Die Abflachung erfolgt dabei senkrecht zu der der Hauptdehnung. Am zerissenen Kristall sind außer den Spuren der Basisfläche in der Regel zwei weitere Scharen von Translationsstreifen sichtbar. Die in der Einschnürung wirkende Translationsfläche erweist sich stets parallel zu einer dieser beiden Scharen. Die mikroskopische Vermessung ergab in allen Fällen nahezu übereinstimmende Lage

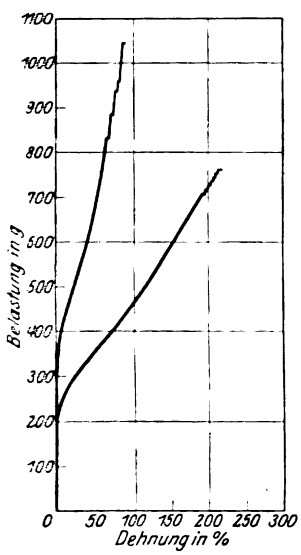


Abb. 1. Automatisch registrierte Dehnungskurven von Zinkkristallen.

der neuen Translationsflächen mit der von Prismenflächen I. Art, die daher als bei der Nachdehnung wirksam angesehen worden sind.

Gegen diese Deutung der Nachdehnung sind von C. H. Mathewson und A. I. Phillips auf Grund einer außerordentlich eingehenden und sorgfältigen Untersuchung Bedenken erhoben worden. Diese Autoren weisen in Bestätigung einer Vermutung von O. Mügge[1] für Zink das Bestehen von mechanischer Zwillingsbildung mit der (1012)-Ebene als Zwillingsebene nach[2]. Sie heben ferner hervor, daß die Basis nach erfolgter Zwillingsbildung in eine nur wenig (4° 5′) von der ursprünglichen Prismenfläche abweichende Lage kommt, wie dies auch noch in Abb. 2 erläutert ist. Die Nachdehnung sei nun eine Translation entlang einer sekundären, durch Zwillingsbildung entstandenen Basisfläche.

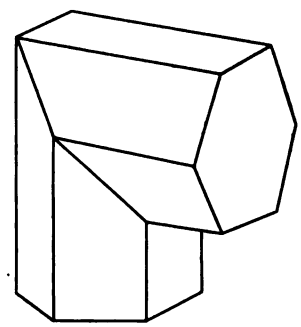


Abb. 2. Schema der Gitterkonfiguration von Zinkkristallen nach mechanischer Zwillingsbildung (nach Mathewson und Phillips).

T. A. Wilson und S. L. Hoyt haben röntgenographisch nach der Zwillingsbildung von Zinkkristallen gesucht[3]. Ihre Versuche haben jedoch u. E. eine Entscheidung nicht gebracht. Über weitere Versuche zur Klärung dieser Sachlage wird im nachfolgenden berichtet.

Dehnungsversuche unter dem Mikroskop ergaben zunächst, daß gleichzeitig mit dem Knacken gegen Ende der Hauptdehnung plötzlich Streifen auftreten, die bei geeigneter Beleuchtung zufolge ihrer veränderten Reflexionsfähigkeit gut sichtbar sind (Abb. 3a und b). Die bei weiterer Beanspruchung einsetzende Nachdehnung bleibt, wie die Abb. 3c—f zeigen, vollkommen auf das Innere des neu gebildeten Streifens beschränkt. An einer Stelle des Nachdehnungsfadens erfolgt schließlich eine neuerliche (im Bild nicht sichtbare) Reflexionsänderung, die dem Bruch an dieser Stelle unmittelbar vorangeht. Dasselbe

[1] Original: Z. Phys. Bd. 48, S. 370. 1928. Nach einem am 28. Okt. 1927 im Rahmen der Werkstofftagung (Berlin) gehaltenen Vortrag: „Versuche an Einzelkristallen" von E. Schmid.

[2] H. Mark, E. Polanyi und E. Schmid: Z. Phys. Bd. 12, S. 58. 1922.

[1] O. Mügge: N. Jahrb. Min. 1889 I, S. 231.

[2] C. H. Mathewson und A. I. Phillips: Proc. Inst. Met. Div. A. I. M. E., Febr. 1927.

[3] T. A. Wilson und S. L. Hoyt: ibid., Sept. 1927.

Digitized by Google

Verhalten haben wir bei einer großen Reihe weiterer Kristalle beobachtet. Abb. 4 zeigt es nochmals durch eine Serie von Aufnahmen, die an einem geätzten Kristallband erhalten worden sind. Diese Bilder zeigen weiterhin, daß in dem neu gebildeten Streifen noch Lamellen des ursprünglichen Bandes vorhanden sind.

Zur Entscheidung der Frage, ob es sich bei diesen stets gegen Ende der Hauptdehnung auftretenden Streifen in der Tat um Zwillingsstreifen im Sinne von Mathewson und Phillips handelt, wurde röntgenographisch durch Drehkristallaufnahmen die Gitterlage in ihnen mit der im unversehrten Kristallband verglichen. Die Abb. 5 bis 7 geben drei Serien solcher mit verschiedenen Kristallen erhaltenen Aufnahmen wieder. Außer im ungedehnten Ausgangszustand wurden die Kristalle nach erschöpfter Hauptdehnung außerhalb und innerhalb des zu untersuchenden Streifens durchleuchtet. In allen drei Fällen zeigt sich das Diagramm *c* verschieden von *b*. Während die Basis nach erschöpfter Hauptstellung 9 bis 15° mit der Längsrichtung des Kristalls einschließt, ergibt sich ihr Neigungswinkel im Deformationsstreifen zu 59 bis 61°. Das ist aber gerade die mit einer ursprünglichen Prismenfläche I. Art nahe zusammenfallende Stellung, die die Basis zufolge von Zwillingsbildung nach der (1012)-Ebene einnehmen müßte. In den Abb. 5 c und 6 c sind außer den, großen Neigungswinkeln zugehörigen, starken Basisreflexionen auch noch schwache Interferenzen an den der Neigung der Basis im gedehnten Band entsprechenden Stellen vorhanden. Sie rühren wohl von noch nicht in Zwillingsstellung gekippten Kristallamellen her (vgl. Abb. 4).

Die Tatsache, daß die ausgezeichnete Translationsfläche des Zinkkristalls durch die Zwillingsbildung in eine für weitere Abgleitung sehr günstige Lage gelangt, bildet im Verein mit der Beobachtung, daß die Nachdehnung stets und ausschließlich im Deformationszwilling vor sich geht, einen sehr starken Hinweis dafür, daß diese Nachdehnung im Sinne von Mathewson und Phillips eine sekundäre Basisabgleitung darstellt. Den bündigen Beweis hierfür liefert das in Abb. 8 wiedergegebene, bei Durchleuchtung senkrecht zur Translationsfläche der Nachdehnung eines Zinkkristalls erhaltene Lauediagramm. Die sechszählige Symmetrie des Bildes erweist die Translationsfläche als Basisfläche[1].

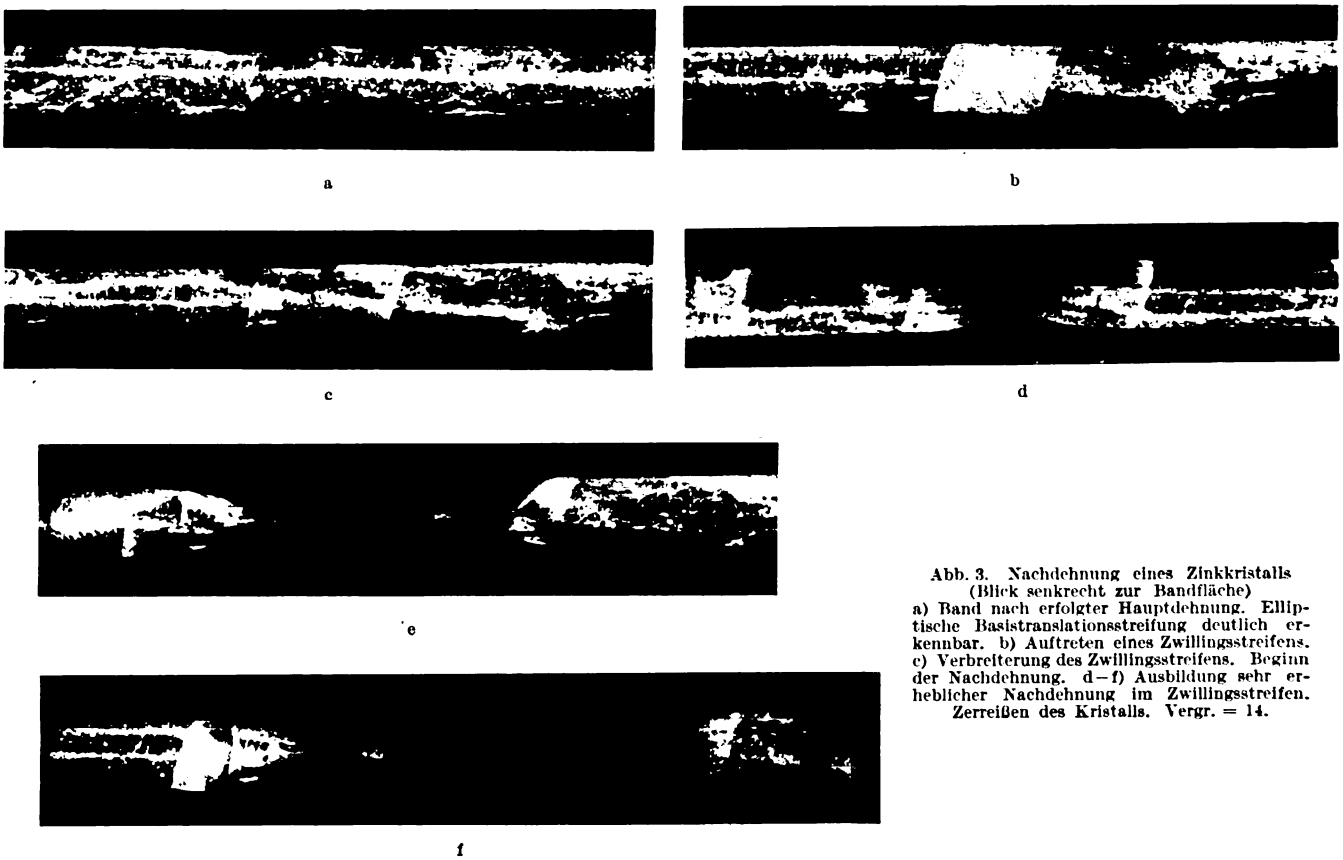


Abb. 3. Nachdehnung eines Zinkkristalls (Blick senkrecht zur Bandfläche)
a) Band nach erfolgter Hauptdehnung. Elliptische Basistranslationsstreifung deutlich erkennbar. b) Auftreten eines Zwillingsstreifens. c) Verbreiterung des Zwillingsstreifens. Beginn der Nachdehnung. d–f) Ausbildung sehr erheblicher Nachdehnung im Zwillingsstreifen. Zerreißen des Kristalls. Vergr. = 14.

Der Befund, daß die Zwillingsbildung noch nach sehr ausgiebiger Dehnung durch Translation nach der Basis (mehrere 100%) erfolgt, zeigt wie weitgehend das Gitter hierbei erhalten bleibt. Die mit zunehmender, vorangegangener Basisgleitung zunehmende Höchstlast der Kristallbänder[2] beweist indes doch, daß der zur Einleitung der Zwillingsbildung notwendige Kraftbedarf mit der vorangehenden Translation steigt.

---

[1] Die Basis stellt sonach die einzige bisher mit Sicherheit nachgewiesene Translationsfläche des Zinkkristalls dar. — Die ebenfalls von Mathewson und Phillips vertretene Ansicht, daß bereits zu Beginn der Basistranslation zufolge von Biegung der Gleitschichten Zwillingsbildung erfolgt, hat sich in keinem Fall bestätigt, wie dies auch Wilson und Hoyt nachgewiesen haben.

[2] E. Schmid: Z. Phys. Bd. 40, S. 54. 1926, Fig. 4.

Digitized by Google

Schiebungselemente des Zinkkristalls.

Die mechanische Zwillingsbildung kann in ihrem einfachsten Fall als „einfache Schiebung" mit der Zwillingsebene als Gleitfläche aufgefaßt werden. Ihre kristallographische Charakterisierung erfolgt dann durch Angabe der Gleitebene (1. Kreisschnittsebene K_1) und des Betrages der Schiebung (s) einer im Abstand 1 von der Gleitfläche befindlichen Ebene. Statt des letzteren wird häufig die 2. Kreisschnittsebene K_2, deren Neigungswinkel $2\varphi_1$ zur Gleitebene durch die Gleichung $\tan 2\varphi_1 = \frac{2}{s}$ bestimmt ist, angegeben.

Mit dieser Auffassung kann für den Zinkkristall auf Grund des ebenfalls von Mathewson und Phillips geführten Nachweises, daß die Basis durch die Zwillingsbildung zu einer Prismenfläche I. Art wird, der Betrag der Schiebung — wie in Abb. 9 erläutert — berechnet werden. Es ergibt sich hierfür der Ausdruck

$$s = \frac{\sin 4^\circ 5'}{\sin 42^\circ 57^1/_2' \sin 47^\circ 2^1/_2'} = 0{,}1428.$$

Hieraus findet man mit Hilfe der obigen Gleichung den Winkel zwischen den beiden Kreisschnittsebenen zu 85° 55′. Da die 1. Kreisschnittsebene eine Pyramidenfläche I. Art, II. Ordnung ist und der erhaltene Winkel mit dem Neigungswinkel zweier solcher Flächen übereinstimmt, ist auch die 2. Kreisschnittsebene als Pyramidenfläche I. Art, II. Ordnung mit den Indizes $(10\bar{1}2)$ erkannt.

Dieser die makroskopischen Vorgänge beschreibende Mechanismus der einfachen Schiebung ist jedoch nicht in der Lage, auch ein feinbaulich richtiges Bild von den Vorgängen bei der Zwillingsbildung zu geben. Man erkennt das unmittelbar durch Aufzeichnung der Verteilung der Gitterpunkte in den Prismenflächen II. Art (Ebene der Schiebung), die durch die vorgeschriebene Abschiebung keineswegs sämtlich in spiegelbildliche Lagen zu dem ursprünglichen Gitter in bezug auf die Gleitebene kommen. Auf diese Schwierigkeit haben auch bereits Mathewson und Phillips hingewiesen. Über die wirklichen Bewegungen der Gitterpunkte bei der mechanischen Zwillingsbildung von Zinkkristallen kann heute noch keine genaue Angabe gemacht werden.

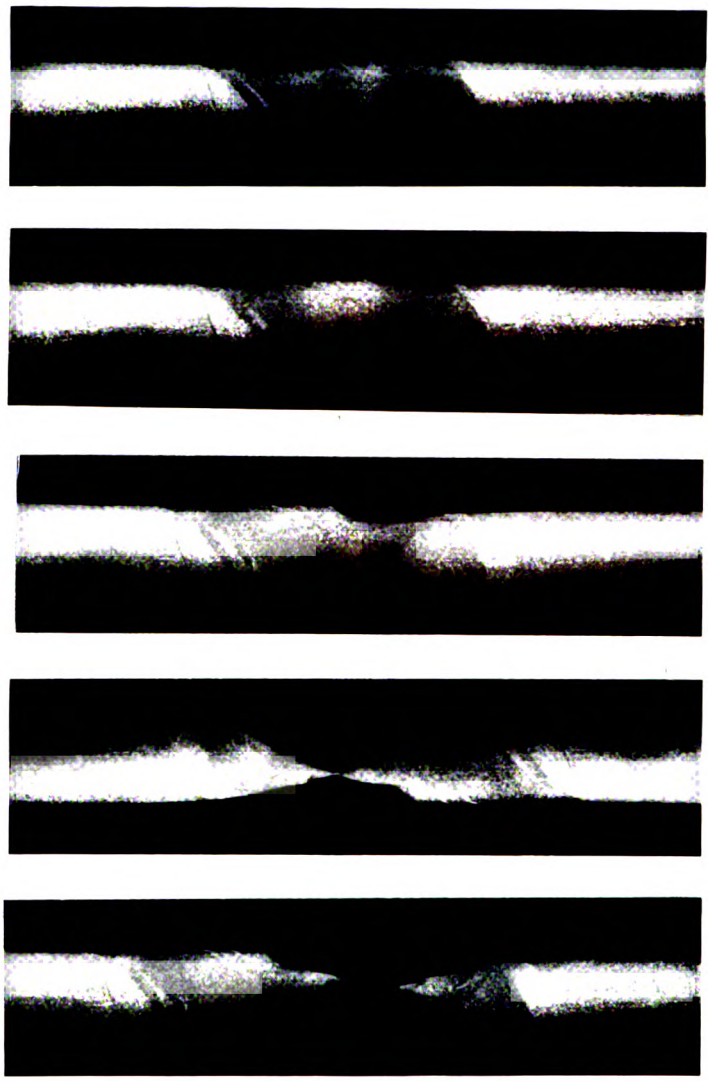
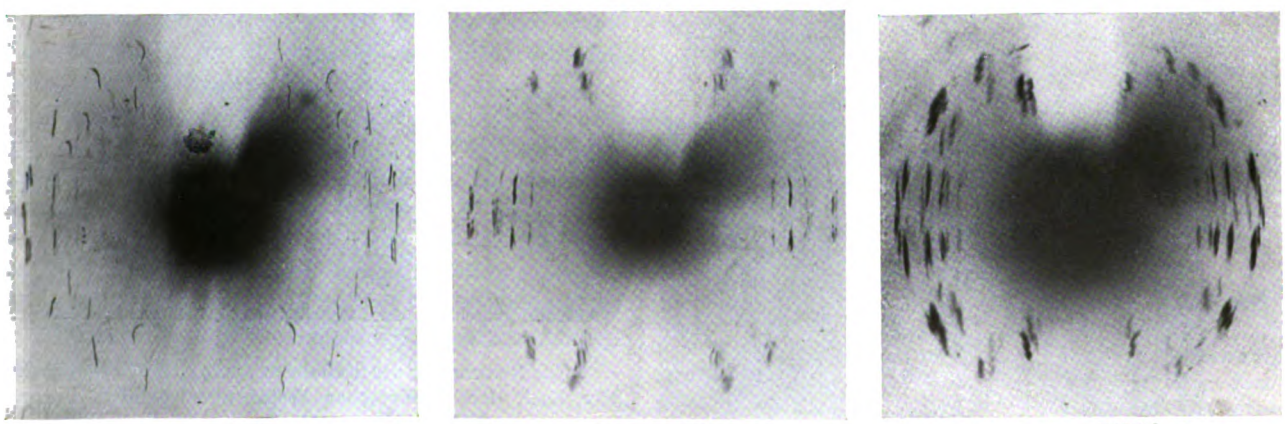


Abb. 4. Nachdehnung eines Zinkkristalls (Kristallband geätzt; Blick senkrecht zur Bandfläche). Vergr. = 14.

Bedeutung der mechanischen Zwillingsbildung für Deformation und Verfestigung.

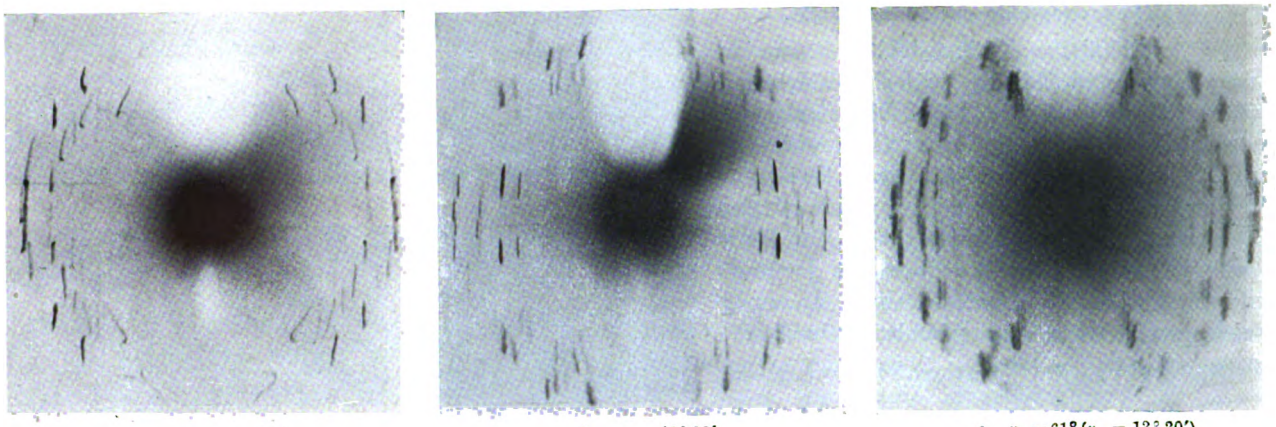
Die Berechnung der plastischen Längenänderung zufolge der mechanischen Zwillingsbildung, gedeutet als



a $\chi_B = 52°$ b $\chi_B = 9°$ c $\chi_B = 39° 30'$

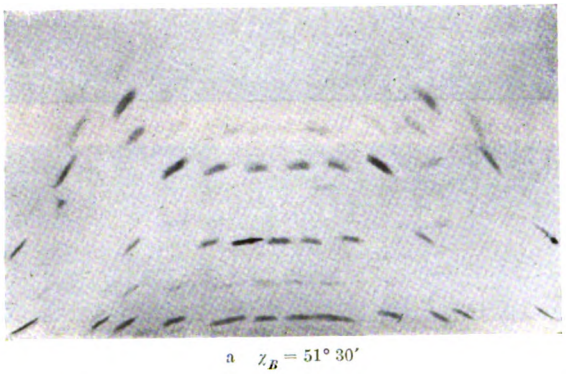
Abb. 5. Mechanische Zwillingsbildung von Zinkkristallen im Röntgenbild (Plattenaufnahme) Kristall 1.
a) Ungedehnter Ausgangskristall. b) Kristallband nach erschöpfter Hauptdehnung. c) Deformationszwilling. χ_B = Neigungswinkel der Basis zur Längsrichtung.

Digitized by Google

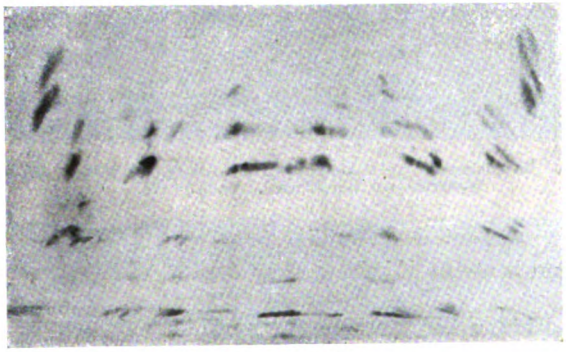


a $\chi_B = 49°$ b $\chi_B = 13° 30'$ c $\chi_B = 61° (\chi_B = 13° 30')$

Abb. 6. Wie Abb. 5. Kristall 2.



a $\chi_B = 51° 30'$



c $\chi_B = 59° 30'$

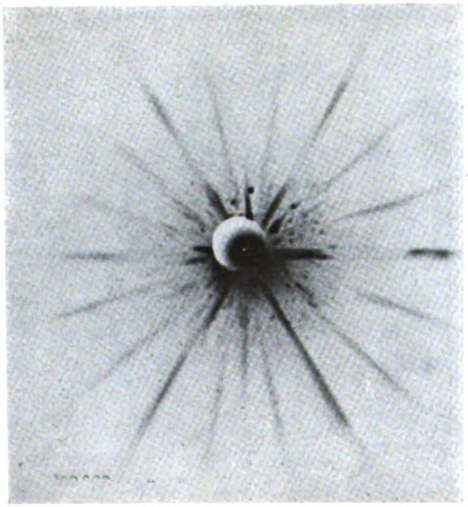


Abb. 8. Laueaufnahme senkrecht zur Translationsfläche der Nachdehnung eines Zinkkristalles.

b $\chi_B = 15°$

Abb. 7. Wie Abb. 5 und 6. (Aufnahmen in horizontaler Filmkamera [1].) Kristall 3.

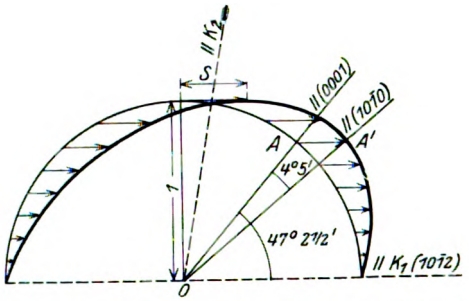


Abb. 9. Berechnung der Schiebung s bei der mechanischen Zwillingsbildung von Zinkkristallen. $K_1 = 1$. Kreisschnittsebene (Gleitebene). $K_2 = 2$. Kreisschnittsebene.

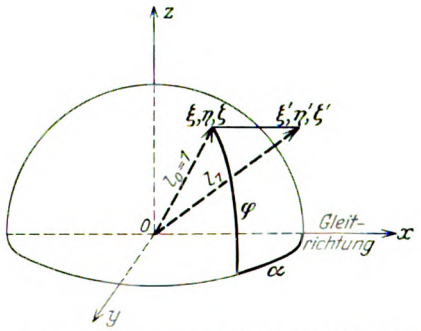


Abb. 10. Berechnung der Längenänderung bei einfacher Schiebung.

[1] Die Berechnung des Stellungswinkels χ_B der Basis erfolgte hier nach der in einfacher Weise abzuleitenden Formel: $\sin \chi_B = \sin \frac{360\, x}{2\, r\, \pi} \cos \frac{\vartheta}{2}$, worin $\frac{\vartheta}{2}$ den Glanzwinkel, r den Radius der Filmkamera und x den Abstand einer Basisreflexion vom Äquator (Symmetrale des Bildes) bedeutet.

Digitized by Google

einfache Schiebung, kann an Hand von Abb. 10 in einfacher Weise erfolgen[1]. Wie legen ein Koordinatensystem derart, daß die xy-Ebene mit der Gleitfläche und die x-Achse mit der Gleitrichtung zusammenfällt. Seien sodann ξ, η, ζ die Koordinaten eines Punktes auf der Einheitskugel im undeformierten Zustand, so ergeben sich für die des Punktes nach der Deformation die Werte

$$\xi' = \xi + s\,\zeta$$
$$\eta' = \eta$$
$$\zeta' = \zeta.$$

Die Längenänderung des durch den Punkt (ξ, η, ζ) gehenden Radiusvektors ist somit durch den Ausdruck

$$\frac{l_1}{l_0} = \sqrt{(\xi + s\,\xi)^2 + \eta^2 + \zeta^2}$$

gegeben.

Führen wir nun ein räumliches Polarkoordinatensystem mit den Winkeln φ (zwischen Längsrichtung und Gleitfläche) und α (zwischen der Projektion der Längsachse auf die Gleitfläche und der Gleitrichtung) ein, so geht der für die Längenänderung gefundene Ausdruck in die Form

$$\frac{l_1}{l_0} = \sqrt{1 + 2s\cos\alpha\sin\varphi\cos\varphi + s^2\sin^2\varphi}$$

über. Aus dieser für die einfache Schiebung gültigen Dehnungsformel erkennt man sofort, daß die Extremwerte der Längenänderung für $\alpha = 0$, also für Lagen der Längsachse der Kristalle in der Ebene der Schiebung auftreten.

Für $\varphi_1 = 0°$, einen durch die Gleichung $\tan\varphi_2 = -\frac{2}{s}$ gegebenen Wert φ_2 (Lage der 2. Kreisschnittsebene vor der Deformation) und $\varphi_3 = 180°$ erfolgt die Zwillingsbildung ohne Änderung der Länge des Kristalls. Für $0 < \varphi < \varphi_2$ ergibt sich Dehnung, für $\varphi_2 < \varphi < 180°$ Stauchung. Das Maximum der Dehnung von $\delta_{\max} = \frac{s}{2} + \sqrt{\frac{s^2}{4} + 1}$ ergibt sich für eine durch die Winkel $\alpha = 0°$, $\varphi = \text{arc tan}\left(\frac{s}{2} + \sqrt{\frac{s^2}{4} + 1}\right)$ gegebene Ausgangslage der Längsachse des Kristalls. Das Maximum der Stauchung von $\varepsilon_{\max} = -\frac{s}{2} + \sqrt{\frac{s^2}{4} + 1}$ liefert eine Ausgangslage von $\alpha = 0°$, $\varphi = \text{arc tan}\left(\frac{s}{2} - \sqrt{\frac{s^2}{4} + 1}\right)$.

Die absoluten Beträge der Formänderung durch Zwillingsbildung sind wegen der Kleinheit der Schiebungsbeträge (s wurde stets und zwar meist erheblich kleiner als 1 gefunden) nur kleine.

Für das obige Beispiel des Zinkkristalls ergibt sich eine maximale Dehnung von 7,39% bei Zusammenfallen einer digonalen Achse II. Art mit der Längsrichtung des Kristalls. Da überdies, wie die Versuche stets ergaben, keineswegs der ganze Kristall in Zwillingsstellung klappt, sondern stets nur vereinzelte Zwillingsstreifen auftreten, erkennt man, daß die von der Zwillingsbildung herrührende Beiträge zur Gesamtdehnung nur sehr geringe sein können.

[1] Der Einfachheit halber betrachten wir den Fall einer einzigen Gleitfläche mit polarer Gleitrichtung. Die erhaltenen Ergebnisse sind jedoch auch auf Fälle mit mehreren Gleitflächen und -richtungen übertragbar.

Wenn so die direkte Bedeutung der mechanischen Zwillingsbildung für das Ausmaß der plastischen Deformation auch nur eine geringe sein dürfte, so kann ihr doch zufolge der durch sie bewirkten Umorientierungen des Gitters in indirekter Weise eine sehr erhebliche Bedeutung für die Verformbarkeit zukommen. Das Beispiel des Zinkkristalls zeigte dies in überaus deutlicher Weise. Die durch die Zwillingsbildung ermöglichte zweite Translation nach der Basis führt hier erneut zu Dehnungen von mehreren 100%.

Über die Bedeutung der mechanischen Zwillingsbildung für die Verfestigung des Einzelkornes lassen sich heute erst sehr spärliche Angaben machen. Die von O. Haase und dem einen von uns mit Hilfe eines Fadendehnungsapparates von M. Polanyi[1] aufgenommenen Dehnungskurven der Nachdehnung von Zinkkristallen scheinen das einzige diesbezüglich vorliegende Beobachtungsmaterial darzustellen[2]. Die gegen Ende der Hauptdehnung durch Ausbildung der Zwillingsstreifen erfolgenden, ruckartigen Weiterdehnungen sind bei dieser empfindlichen Aufnahme der Dehnungskurve als sehr deutliche, durch erheblichen Lastabfall ausgezeichnete Knicke erkennbar. Bei weiterer Beanspruchung steigt die Last jedoch wieder fast auf ihren früheren Höchstwert an, um sodann bei Ausbildung des Nachdehnungsfadens wieder erheblich abzufallen. In 9 von 12 untersuchten Fällen betrug die Lastabnahme über 50% (Maximum 67%) bei Dehnungen auf das 4- bis 5fache.

Die Berechnung der Schubspannung, die in der als Translationsfläche wirkenden Basis herrscht, ergibt dabei in sinngemäßer Umdeutung einer für die Prismenfläche I. Art bereits durchgeführten Diskussion das Folgende: Sei Z die anliegende Zugspannung und χ_B der Winkel zwischen Basis und Zugrichtung, so ist die in der Basisfläche wirkende Schubspannung S durch den Ausdruck $S = Z\sin\chi_B\cos\chi_B$ gegeben[3]. Da die Basis zufolge der Gitterdrehung durch die Hauptdehnung am Ende derselben etwa 8 bis 10° mit der Längsrichtung des Kristalles einschließt, so ist ihre Schubfestigkeit unmittelbar vor dem Einsetzen der mechanischen Zwillingsbildung durch den Wert $S = 0{,}20\,Z$ gegeben ($\sin 12° \cos 12° = 0{,}20$). Durch die Zwillingsbildung gelangt sodann die Basis in eine Stellung, in der sie mit der Längsrichtung einen nur wenig von 60° abweichenden Winkel einschließt (vgl. auch Abb. 5 bis 7). Da sie, wie die eben erwähnten Versuche mit O. Haase gezeigt haben, trotz ihrer eine Translation nun sehr begünstigenden Lage nahezu die gleiche Zugspannung wie vor der Zwillingsbildung erträgt[4], zeigt dies, daß ihre Schubfestigkeit durch die mechanische Zwillingsbildung unstetig auf etwa das Doppelte angestiegen ist ($\sin 60°$

[1] M. Polanyi: Z. techn. Phys. Bd. 6, S. 121. 1925.

[2] O. Haase und E. Schmid: Z. Phys. Bd. 33, S. 413. 1925.

[3] Der auf das Nichtübereinstimmen von Translationsrichtung und Richtung größter Schubspannung bezügliche Korrekturfaktor kann für die folgende Überlegung außer acht gelassen werden.

[4] In vielen Fällen wird nach den ersten Knicken der Dehnungskurve noch ein weiterer Lastanstieg über den vorangegangenen Höchstwert beobachtet (vgl. z. B. Abb. 1).

Digitized by Google

$\cos 60° = 0{,}43$)[1]. Das während der darauffolgenden Nachdehnung beobachtete Absinken der Last um häufig über 50% zeigt im Verein mit der Tatsache, daß bei einem Ausgangswinkel der Translationsfläche von 60° zur Zugrichtung die Last bei konstant bleibender Schubfestigkeit höchstens (bei unendlicher Dehnung) um 50% sinkt[2], daß während der Nachdehnung eine (geringe) Schubentfestigung der wirkenden Basistranslationsfläche erfolgt.

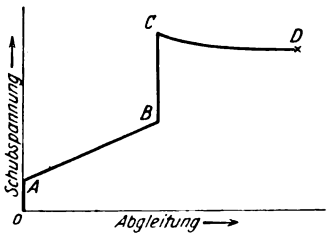


Abb. 11. Schematische Darstellung der Schubverfestigung der Basisfläche bei der Dehnung von Zinkkristallen.

Als wesentlich für die Bedeutung der mechanischen Zwillingsbildung für die Verfestigung sei nochmals hervorgehoben, daß durch diesen Deformationsmechanismus anscheinend eine erhebliche, unstetige Schubverfestigung der Translationsflächen erfolgt.

Das Bild, das wir uns nach dem Vorangegangenen von der Verfestigung des Zinkkristalls bei der Haupt- und Nachdehnung zu machen haben, ist schematisch in Abb. 11 dargestellt, die die Schubfestigkeit der Basis als Funktion der Abgleitung wiedergibt. Die Strecke AB entspricht der stetigen Verfestigung während der Hauptdehnung[1], der Sprung nach C bezieht sich auf die unstetige Verfestigung durch mechanische Zwillingsbildung und die leicht abfallende Kurve CD zeigt die während der Nachdehnung erfolgende, geringe Schubentfestigung der Basis. Bei D erfolgt durch neuerliche Zwillingsbildung Zerreißen des Kristalls.

[1] Allerdings ist die Länge der durch Zwillingsbildung entstandenen neu orientierten Kristallteile klein; sie übersteigt selten 3 mm, so daß ein Einfluß auf die Festigkeitseigenschaften nicht völlig ausgeschlossen erscheint.

[2] E. Schmid: Z. Phys. Bd. 22, S. 328. 1924.

Zusammenfassung.

1. Die Nachdehnung von Zinkkristallen ist im Sinne von Mathewson und Phillips als Translation entlang einer sekundären, durch mechanische Zwillingsbildung entstandenen Basisfläche aufzufassen.

2. Die auf Grund der Versuche von Mathewson und Phillips ermittelten Schiebungselemente des Zinkkristalls sind:

Gleitfläche: (1012),
Betrag der Schiebung: 0,1428,
2. Kreisschnittsebene: (1012).

3. Für den Fall einer einzigen Gleitfläche mit polarer Schiebungsrichtung wird die Dehnungsformel abgeleitet und auf den Fall des Zinkkristalls angewandt.

4. Die mechanische Zwillingsbildung des Zinkkristalls scheint eine unstetige Schubverfestigung der Basistranslationsfläche auf das etwa Doppelte zu bewirken.

[1] E. Schmid: Z. Phys. Bd. 40, S. 54. 1926; Verh. d. 2. int. Kongr. f. techn. Mech., Zürich 1926, S. 251.

Studien über den Zugversuch an kristallinen Stoffen.

Von **E. Schiebold** (Leipzig) und **G. Richter** (Berlin-Dahlem).

Einleitung.

Die Veranlassung zur vorliegenden Arbeit gaben Untersuchungen W. v. Moellendorffs[1]; sie waren zu dem Zweck unternommen, auf Grund experimenteller Unterlagen und systematischer Versuche das Problem der Fließkegelbildung bei plastischen, speziell kristallinen Materialien möglichst vielseitig zu beleuchten und mit dem Verlauf der Spannungs-Verformungskurve in Beziehung zu bringen. Diese Untersuchungen führten zu der Vermutung, daß die Gleichartigkeit des Spannungsanstieges im Fließkegel ganz verschiedener Materialien (nach Erreichung der Höchstlast), welche im Jahre 1913 von v. Moellendorff[2] festgestellt wurde, im wesentlichen auf rein geometrischen Gesetzmäßigkeiten bei der Bildung der Fließkegelkontur beruht[1]. Danach würde die beobachtete Verfestigung beim Zugversuch sich zum größten Teil aus einer durch die geometrischen Verhältnisse der Gestaltsänderung bedingten „scheinbaren, unechten" Verfestigung (Gestaltsverfestigung) und nur zum geringeren Teil aus einer „wahren" Kristallverfestigung zusammensetzen.

Eine nähere Untersuchung dieser Gesetzmäßigkeiten erschien mit Rücksicht auf die große praktische Bedeutung des Zugversuches bei der Beurteilung der Werkstoffe und der Bestimmung von Materialkonstanten geboten. Aus der Möglichkeit der Trennung beider Faktoren durch geeignete Versuchsausführung würden sich aus der wirklich dem Material zukommenden Verfestigung weitere Aufschlüsse über die physikalischen Vorgänge bei der Deformation kristalliner Stoffe ergeben. Eine theoretische Durchdringung des Fließkegelproblems würde somit auch gleichzeitig eine Nachprüfung der bestehenden Plastizitätstheorien an Hand von Zugversuchen ermöglichen.

Über den Zugversuch und die damit verbundene Form- und Spannungsänderung liegt eine umfangreiche Literatur vor. Diese Arbeiten haben zur Klärung der Probleme und zur Verfeinerung der Vorstellungen ganz wesentlich beigetragen. Der Zusammenhang der Span-

[1] Wir haben die angenehme Pflicht, dem Präsidenten des Staatl. Materialprüfungsamtes und Direktor des K.-W.-I. für Metallforschung, Herrn Unterstaatssekretär a. D. Prof. Dipl.-Ing. W. v. Moellendorff unseren Dank für die Anregung zu dieser Arbeit und Förderung während derselben auch an dieser Stelle zum Ausdruck zu bringen.

Ferner schulden wir der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft für die Unterstützung der Arbeit ganz besonderen Dank.

[2] W. v. Moellendorff und J. Czochralski: Technologische Schlüsse aus der Kristallographie der Metalle. Z. V. d. I. 1913 I, S. 1017ff., sowie W. v. Moellendorff: Bemerkungen gegen den Amorphismus der Metalle. Int. Z. Met. Bd. 6, S. 44/48. 1914 II und Mitt. Materialpr.-Amt 1923. S. 51/53.

[1] Mitt. Materialpr.-Amt u. K.-W.-I. f. Metallforsch. 1923. S. 60/62.

Digitized by Google

nungs-Verformungskurve mit der Ausbildung der Fließkegelkontur ist bisher hauptsächlich in den Arbeiten von W. v. Moellendorff (1913, 1914, 1923), und von E. Siebel (1925)[1], sowie E. Houdremont und H. Kallen[2] behandelt worden, die sich aber in der Hauptsache auf theoretische Erwägungen beschränken. Die experimentelle Prüfung und theoretische Vertiefung dieser Vorstellungen erschien deshalb wünschenswert.

Da die Fließkegelbildung als Endzustand der plastischen Verformung beim Zugversuch zustande kommt und somit von den vorhergehenden Verformungsstadien abhängt, wurden auch diese Zustände in den Bereich der Untersuchung soweit als möglich eingezogen.

A. Allgemeiner Teil.

Zur besseren Übersicht empfiehlt es sich, nach dem Vorschlag von W. v. Moellendorff die zeitliche Folge der Deformationsvorgänge beim Zugversuch in drei Ab-

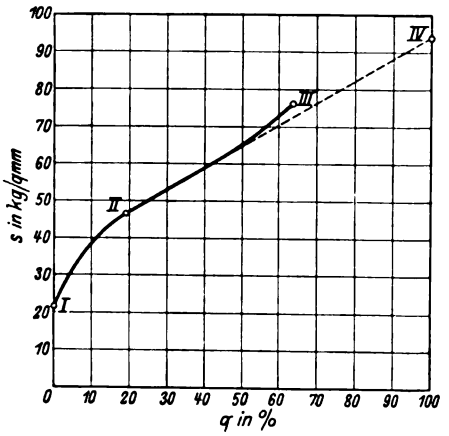


Abb. 1. Spannungs-Verformungsdiagramm beim Zugversuch und zeitliche Folge der Deformationsvorgänge.
I = Elastizitäts- bzw. Streckgrenze. II = Höchstlastpunkt. III = Bruchgrenze. IV = Fiktives Endstadium bei 100 % Durchschnittsverminderung.

schnitte zu zerlegen, die sich zwanglos aus dem Verlauf des Spannungs-Verformungsdiagrammes ergeben. Es sind dies:

1. der elastische Bereich ($O-I$), I = Elastizitäts- bzw. Streckgrenze;

2. der Bereich $I-II$ zwischen E-Grenze und Höchstlastpunkt (II);

3. der Bereich $II-III$ zwischen Höchstlastpunkt und Bruch.

Der erste Bereich ist durch umkehrbare (elastische) Formänderungen ausgezeichnet, im zweiten und dritten Bereich treten bleibende (nicht umkehrbare) Formänderungen auf, und zwar im Bereich $I-II$ die sog. gleichmäßige Dehnung, wobei sich der Stab auf seiner ganzen Länge gleichmäßig dehnt bzw. einschnürt, und im Bereich $II-III$ die „örtliche Dehnung", wo die Dehnung bzw. die Einschnürung auf ein relativ kleines Gebiet des Stabes beschränkt ist (Fließkegel, vgl. Abb. 19). Denkt man sich die Querschnittsverminderung bis zu 100% durchgeführt, so erhält man den in Abb. 1 gezeichneten Punkt IV. Hierbei stellen die Abszissen die prozentuale Querschnittsverminderung (q), die Ordinaten die „effektiven" Spannungen (s) dar.

Entsprechend dieser Einteilung sind im folgenden auch die Spannungen und die Formänderungsgrößen gekennzeichnet.

I. Spannungen und Verformungen im elastischen Bereich (0 bis I).

1. Der einachsige Spannungszustand.

Bei der sog. elastischen Dehnung eines zylindrischen Stabes, an dessen beiden Endflächen eine Last P zentrisch angreift oder dessen Endflächen mit gleichen Lasten gleichförmig belegt sind, wird im allgemeinen angenommen, daß der sich ausbildende Spannungszustand einachsig ist, mit anderen Worten, daß sich die Einzelspannungen parallel zur Stabachse gleichmäßig über den Querschnitt verteilen. Auf die Flächeneinheit des Querschnitts (f) kommt somit die spezifische Spannung $s = \sigma = \frac{P}{f}$. Als spezifische Dehnung wird der Wert $\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0}$, als spezifische Querkontraktion der Wert $\varepsilon_q = \frac{d - d_0}{d_0}$ bezeichnet. (l_0, d_0, f_0 Ausgangswerte). Unter der Annahme, daß die Beziehungen zwischen Formänderung und Spannung im rein elastischen Bereich durch das Hookesche Gesetz dargestellt sind, und daß E der Zugelastizitätsmodul ist, wird die spezifische Dehnung $\varepsilon = \frac{s}{E}$, und die spezifische Querschnittsverminderung wird $\varepsilon_q = \mu \cdot \varepsilon = \mu \cdot \frac{s}{E}$ (μ = Poissonsche Zahl).

Für die Ausbildung des reinen einachsigen Spannungszustandes ist es notwendig, daß der Stab streng homogen und isotrop ist, und daß seine Kontur geometrisch bestimmt ist, nämlich, daß seine Endflächen eben und senkrecht zur Achse gerichtet sind, und daß seine Mantelfläche eine Zylinderfläche ist. Ferner muß die äußere Kraft so angreifen, daß ihre Richtung mit der Stabachse in eine Gerade fällt[1]. Dieser ideale Belastungsfall läßt sich in der Praxis nur bis zu einem gewissen Grade verwirklichen. Auch wenn man von einer mangelnden Isotropie und Homogenität des Materials, sowie von Fehlern in der geometrischen Begrenzung absieht, ist ein streng zentrischer Kraftangriff technisch nicht durchführbar; denn bei den meist benutzten Einspannungsarten durch Keile, Gewinde, Einspannköpfe usw. erfolgt ja die Kraftübertragung gewöhnlich durch die Mantelflächen oder eine schmale, über den Mantel hervorstehende Ringfläche, wobei infolge der undefinierbaren Reibungsverhältnisse eine zentrische Kraftübertragung nicht verbürgt ist. Prinzipiell wird der Spannungszustand im Stab nur mit Hilfe von Spannungen erzeugt, die in radiale und tangentiale Komponenten

[1] E. Siebel: Formänderungsfestigkeit und Spannungsverteilung im eingeschnürten Stabe. Werkstoffausschuß Ber. Nr. 71 (1925).

[2] E. Houdremont und H. Kallen, Ber. d. Fachaussch. d. V. D. J. Werkstoffausschuß Ber. Nr. 7, 1925.

[1] Legt man einen Querschnitt durch den Stab, so haben die im Schnitt übertragenen Spannungen, die nach Voraussetzung parallel sind, eine Resultierende, welche durch den Schwerpunkt des Querschnittes geht. Ein Gleichgewicht mit der äußeren Kraft ist aber nur möglich, wenn deren Richtung durch den Schwerpunkt geht. Da beim Zylinder die Schwerpunkte aller Querschnitte auf der Achse liegen, muß die Kraft in der Schwerpunktsachse des Zylinders angreifen.

Digitized by Google

zerlegt werden können (s. unten). Erst in großer Entfernung werden die Hauptspannungskurven der Achse parallel, so daß sich der Einfluß der Stabköpfe erfahrungsgemäß besonders bei kurzen Stäben (s. a. später) in einer vom einachsigen Spannungszustand abweichenden Form bemerkbar macht.

2. Der mehrachsige Spannungszustand in einem zylindrischen Probestab.

Wir beschränken uns hier auf den Fall, daß ein Umdrehungskörper (speziell Zylinder) eine symmetrische Verzerrung erfährt, so daß die Verschiebungen nur in den Meridianebenen erfolgen und in allen solchen Ebenen gleich sind. In diesem Falle läßt sich das Problem der elastischen Verzerrung auf eine einzige, partielle Differentialgleichung zurückführen, die hier kurz angegeben sei.

Wenn R, ϑ, z Zylinderkoordinaten bedeuten und am Volumenelement $dV = Rd\vartheta dRdz$ die Radialspannungen σ_R, die Längsspannungen σ_z, die Schubspannungen τ in der Meridianebene, die Ringspannungen σ_t senkrecht zur Meridianebene angreifen, so ist der Spannungszustand ebenfalls radialsymmetrisch, und die Gleichgewichtsbedingungen nehmen bei fehlenden Massenkräften die Form an:

$$\frac{\partial \sigma_R}{\partial R} + \frac{\partial \tau}{\partial z} + \frac{\sigma_R - \sigma_t}{R} = 0, \qquad \frac{\partial \sigma_z}{\partial z} + \frac{\partial \tau}{\partial R} + \frac{\tau}{R} = 0.$$

Sind ferner u, w die Verschiebungen in Richtung der R- und z-Achse, so leiten sich die Verzerrungskomponenten e_R, e_z, e_t, γ wie folgt ab[1]:

$$e_R = \frac{\partial u}{\partial R}; \quad e_z = \frac{\partial w}{\partial z}; \quad e_t = \frac{u}{R}; \quad \gamma = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial R}.$$

Es lassen sich dann alle Spannungs- und Verschiebungskomponenten durch eine einzige Funktion ausdrücken[1]:

$$\sigma_R = \frac{\partial}{\partial z}\left(\mu V_\chi^2 - \frac{\partial^2 \chi}{\partial R^2}\right)$$

$$\sigma_t = \frac{\partial}{\partial z}\left(\mu V_\chi^2 - \frac{1}{R}\frac{\partial \chi}{\partial R}\right),$$

$$\sigma_z = \frac{\partial}{\partial z}\left[(2-\mu) V_\chi^2 - \frac{\partial^2 \chi}{\partial z^2}\right],$$

$$\tau = -\mu \frac{\partial}{\partial R} V_\chi^2 + \frac{\partial^3 \chi}{\partial R^3} + \frac{1}{R}\frac{\partial^2 \chi}{\partial R^2} - \frac{1}{R^2}\frac{\partial \chi}{\partial R},$$

$$u = -\frac{1+\mu}{E}\frac{\partial^2 \chi}{\partial R \partial z},$$

$$w = \frac{1+\mu}{E}\left[(1-2\sigma) V_\chi^2 + \frac{\partial^2 \chi}{\partial R^2} + \frac{1}{R}\frac{\partial \chi}{\partial R}\right],$$

(E = Elastizitätsmodul, μ = Poissonsche Zahl.)

Diese Funktion genügt der partiellen Differentialgleichung vierter Ordnung:

$$V^4 \chi = V^2 (V_\chi^2) = 0$$

da

$$V^2 = \frac{\partial^2}{\partial R^2} + \frac{1}{R}\frac{\partial}{\partial R} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$$

der Hamiltonsche Operator ist[2].

[1] Vgl. z. B. A. E. H. Love: Lehrbuch der Elastizität, Deutsch von A. Timpe, S. 31. Leipzig und Berlin 1907.

[2] Näheres über die verschiedenen Lösungen vgl. z. B. A. E. H. Love: l. c. und besonders L. N. G. Filon: l. c.

L. N. G. Filon, der die praktische Anwendung dieser Gleichungssysteme auf den Zug- und Druckversuch ausführlich behandelt hat[1], setzt die partikulären Lösungen der Gleichung: $V_\chi^4 = 0$ in der Form an

$$\chi = \{A_i \cos(kz + \alpha_i) J_1(kR) + C_i \cos(kz + \gamma_i) R J_0(kR) + E_i z \cos(kz + \varepsilon_i) J_1(kR)\},$$

wo I_0 und I_1 die Besselschen Funktionen von der Ordnung Null und Eins, k, A_i, C_i, E_i, α_i, γ_i, ε_i reelle Konstanten sind. Die Spannungs- und Verschiebungskomponenten werden dann in allgemeiner Form durch eine Summe derartiger Ausdrücke dargestellt. Filon weist nach, daß diese Lösungen allgemein genug sind, um folgenden praktischen wichtigen Fall zu untersuchen:

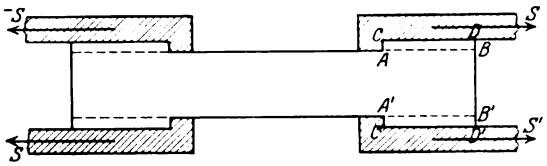


Abb. 2. Schema der Übertragung der äußeren Zugkräfte auf einen zylindrischen Probestab. (Nach Filon.)

Ein zylindrischer Probestab sei mit Köpfen nach Abb. 2 versehen, die als Auflager dienen und mittels der ringförmigen Flächen AC und $A'C'$ den von der Maschine ausgeübten Zug S auf den Probestab übertragen. Denkt man sich den inneren Zylinder bis in den Kopf hinein fortgesetzt, so daß ein Voll- und ein Hohlzylinder $ABA'B'$ bzw. $ABCD$ entsteht, so kann man sich die äußere Last S von dem Hohlzylinder auf den inneren Zylinder durch ein System von Radial- und Tangentialspannungen übertragen denken. Betrachtet man zunächst nur den Hohlzylinder, so muß im Falle des Gleichgewichts die Resultante der Spannungen an der Oberfläche genau die äußere Gesamtspannung S, welche in der Richtung der Achse wirkt, kompensieren. Die radialen Spannungen werden dabei (falls man von der Einspannung durch Beißkeile absieht) wahrscheinlich nur klein sein, da sie nur indirekt zustande kommen; es kann deshalb angenommen werden, daß die Schubspannungen am äußeren Mantel des Hohlzylinders fast ganz die äußere Zugspannung übertragen. Danach wird die Beanspruchung des inneren Vollzylinders nicht durch Normalspannungen auf die geraden Endflächen ausgeübt, wie in der einfachen Theorie vorausgesetzt wird, sondern durch ein System von scherenden Kräften über einen Teil der zylindrischen Oberfläche. Nach Filon ist dieser Beanspruchungszustand auch bei den verschiedensten anderen Einspannungsarten und Stabformen im Prinzip vorhanden, so daß die Ergebnisse der Untersuchung allgemeiner Anwendung fähig sind.

Der oben beschriebene Beanspruchungszustand ist dann dadurch gekennzeichnet, daß der Zylindermantel spannungsfrei ist bis auf zwei Streifen in der Nähe der Endflächen von der Länge $2e$, längs welcher Schubspannungen von der Größe S wirken. Ferner seien auch die beiden ebenen Endflächen spannungsfrei. Es sind also σ_R und $\sigma_z = 0$ für $z = +c$ und $z = -c$, ferner

[1] L. N. G. Filon: Phil. Transact. Roy. Soc. (Ser. A) Bd. 198, S. 148—233. 1902.

Digitized by Google

$\tau = 0$ für $(z_0 - e) > z > -(z_0 - e)$ und $-(z_0 + e) > z > z_0 + e$, $\tau = +S$ für $z_0 - e < z < z_0 + e$ und $\tau = -S$ für $-(z_0 - e) < z < (z_0 + e)$. Wegen $\sigma_z = 0$ an den ebenen Endflächen muß die Konstante k den Wert: $(2n+1)/2c$ haben, ferner wird zur Vereinfachung der Formeln die Zylinderlänge $2c = a\pi$ gewählt, so daß der Zylinderradius etwa ein Drittel der Länge beträgt, wobei sich die Einspannungseffekte schon beträchtlich geltend machen. Mit $z_0 = c/2$ und $e = c/6$ drücken sich die Spannungen und Verschiebungen in der Form aus:

$$\frac{\sigma_R}{\mu} = \sum \left\{ -\{(1+\gamma)A_1 + (1-\gamma)A_2\} J_0(\varrho) + 2\left(\frac{A_1}{\varrho} - \frac{C}{k}\varrho\right) J_1(\varrho) \right\} \cos kz$$

$$\frac{\sigma_t}{\mu} = \sum \left\{ -\frac{2A_1}{\varrho} J_1(\varrho) - \frac{1-\gamma}{\gamma}\frac{2C}{k} J_0(\varrho) \right\} \cos kz$$

$$\frac{\sigma_z}{\mu} = \sum \left\{ [(2\gamma+1)A_2 - (2\gamma-1)A_1] J_0(\varrho) + \frac{2C}{k}\varrho J_1(\varrho) \right\} \cos kz$$

$$\frac{\tau}{\mu} = \sum \left\{ (A_1 + A_2) J_1(\varrho) + \frac{2C}{k}\varrho J_0(\varrho) \right\} \sin kz$$

$$u = -\sum \left\{ A_1 J_1(\varrho) + \frac{C}{k}\varrho J_0(\varrho) \right\} \frac{\cos kz}{k}$$

$$w = +\sum \left\{ A_2 J_0(\varrho) + \frac{C}{k}\varrho J_1(\varrho) \right\} \frac{\sin kz}{k},$$

wobei zur Abkürzung: $\varrho = kR$, $k = (2n+1)\pi/2c$ $\gamma = \frac{\lambda+\mu}{\lambda+2\mu}$ gesetzt ist und A_1, A_2, C Konstanten sind. σ_t und σ_z sind als gerade Funktionen von R, τ als eine ungerade Funktion von z angenommen. An den Stellen $R = a$, $z = \pm c/3$ werden σ_t, σ_z beide positiv unendlich groß, an den entgegengesetzten Stellen negativ unendlich groß. Das Ergebnis der numerischen Berechnung[1] ist nach Filon in den Abb. 3 bis 7 veranschaulicht; die Spannungen sind relativ zur konstanten Zugspannung gerechnet, welche dem System der Schubspannungen an der Oberfläche des Zylinders zugeordnet ist. Die Verschiebungen u und w sind im Vergleich zu den Verschiebungen u_0 und w_0 angegeben, die bei dem gleichen Zylinder beim einachsigen Spannungszustand unter der auf die Endflächen gleichmäßig verteilten Spannung Q eintreten würden. Dabei ist $u_0 = 2a/5$ und $w_0 = c/2$ im übertriebenen Maßstab im Diagramm angenommen. Abb. 3 zeigt die Verteilung der radialen Verschiebungen, Abb. 4 diejenige der Längsverschiebungen w. Es tritt danach eine diskontinuierliche Änderung der Verzerrung an den Mantelstellen: $z = \pm c/3$ und $z = \pm 2c/3$ auf, zwischen welchen die konstante Schubspannung $\tau = \pm S$ angreift. An den Stellen: $z = +c/3$ treten die kleinsten, an den Stellen: $z = +2c/3$ die größten radialen Kontraktionen auf, was auch durch das Experiment bestätigt wird. Nahe an den Endflächen dilatiert sich der Zylinder wieder, so daß die Endflächen streng genommen nicht eben bleiben. Dies hängt damit zusammen, daß die Lösungen des Problems zwar mit σ_z und $\sigma_R = 0$ an den Endflächen verträglich sind; aber gleichzeitig ein System von Schubspannungen (τ) an diesen Flächen ergeben, das indessen wegen der Symmetrie von selbst im Gleichgewicht ist. Außerdem ist dort $u = 0$. Diese Schubspannungen nehmen vom Wert 0 in der Achse bis etwa zu einem Betrag von einem Viertel des aufgewendeten Spannungsbetrags an und sind am Rande wieder gleich Null. Ihr Effekt ist aber durchaus lokal und in einiger Entfernung von den Endflächen verschwindend klein gegenüber den Scherkräften am Mantel.

Aus der Abbildung geht ferner hervor, daß die maximale Einschnürung des Probestabes unter der ange-

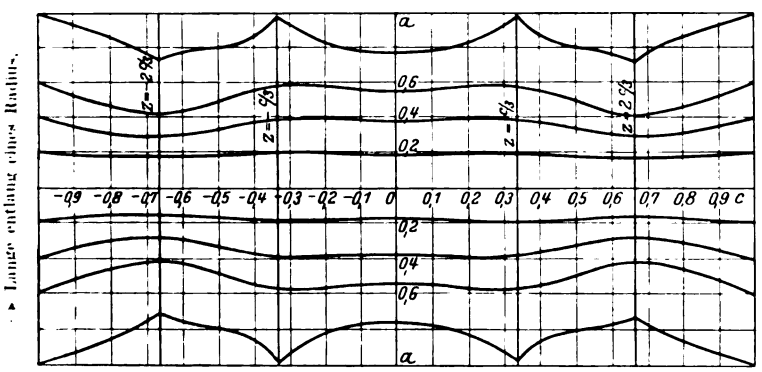


Abb. 3. Verteilung und Größe der Radialverschiebungen (u/u_0) in einem Längsschnitt des elastisch verzerrten zylindrischen Probestabs, der am Mantel (Radius a) zwischen den Stellen: $c/3 \leq z \leq 2/3\,c$ und $-2/3\,c \leq z \leq -c/3$ durch Scherkräfte beansprucht ist. Ursprüngliche Querschnitte als dünne Linien, verzerrte Querschnitte als stark ausgezogene Kurven gezeichnet. (Nach Filon.)

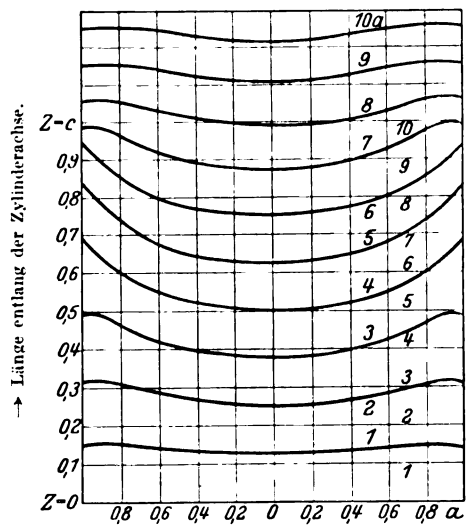


Abb. 4. Verteilung und Größe der Längsverschiebungen (w/w_0) in einem Längsschnitt des elastisch verzerrten zylindrischen Probestabes, der am Mantel (Radius a) zwischen den Stellen $c/3 \leq z \leq 2/3\,c$ durch Scherkräfte beansprucht ist; 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 ursprüngliche Querschnitte; 1a, 2a, 3a, 4a, 5a, 6a, 7a, 8a, 9a, 10a verzerrte Querschnitte. (Nach Filon.)

[1] In der genannten Arbeit von Filon sind ausführliche Tabellen publiziert. Die Berechnung der Fourierreihen wurde für die konstanten Werte: $R = 0$; $R = 0{,}2a$; $R = 0{,}4a$; $R = 0{,}6a$ mit entsprechender Gliederzahl vorgenommen. Für den Mantel ($R = a$) wurde eine besondere Näherungsmethode benutzt. Das Gebiet $0{,}6a \leq R < a$ konnte wegen der schlechten Konvergenz der Reihenentwicklungen nicht genau berechnet werden und ist deshalb in den Figuren fortgelassen. Zur Vereinfachung der Rechnung wurde die Poissonsche Konstante $= 1/4$, d. h. $\gamma = 2/3$ gesetzt.

Digitized by Google

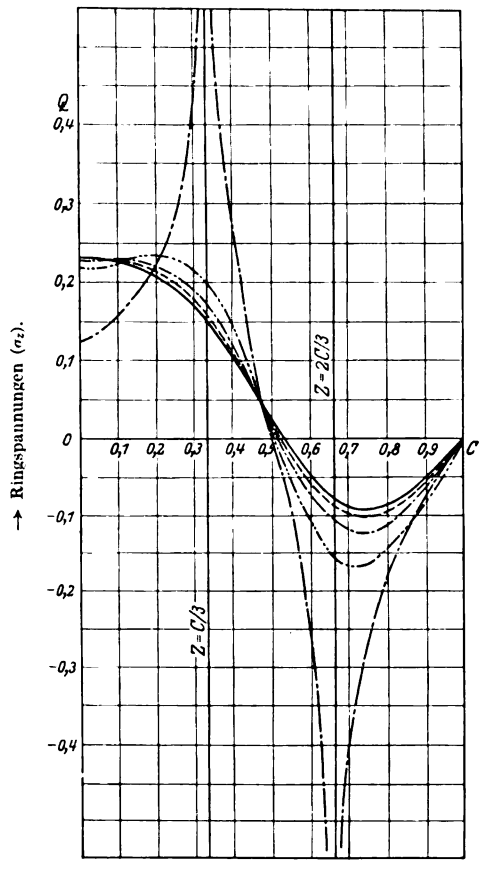


Abb. 5. Verteilung und Größe der Ringspannungen (σ_t) entlang der Zylinderachse für verschiedene Querschnitte.
——— Kurve für $R = 0$ — · — · — Kurve für $R = 0{,}4a$
– – – – – „ „ $R = 0{,}2a$ · · · · · · „ „ $R = 0{,}6a$
—— – —— Kurve für $R = a$.
(Nach Filon.)

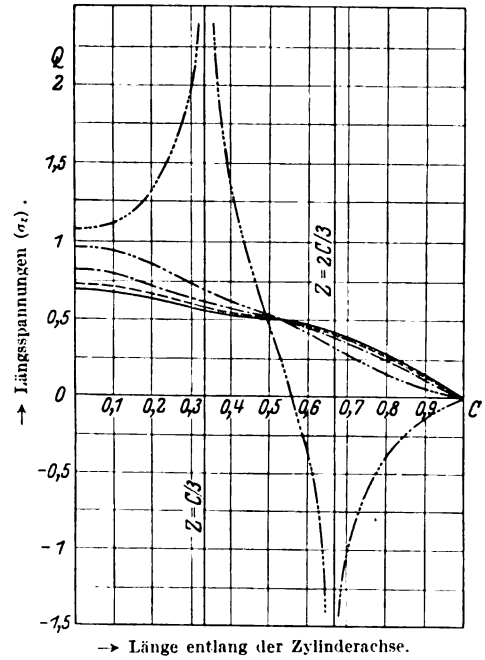


Abb. 6. Verteilung und Größe der Längsspannungen (σ_z) entlang der Zylinderachse für verschiedene Querschnitte.
– – – —— Kurve für $R = 0$ — · — · — Kurve für $R = 0{,}4a$
– – – – – „ „ $R = 0{,}2a$ – · · – · · – „ „ $R = 0{,}6a$
– · · · – · · · – Kurve für $R = a$.
(Nach Filon.)

nommenen Belastung stets kleiner, durchschnittlich höchstens 60% der Querkontraktion beim idealen Zugversuch ist. Mehr nach dem Inneren zu ist dieser Unterschied noch beträchtlicher. Für $z = 2a/5$ ist die wirklich auftretende Querkontraktion nur noch 9% der erwarteten idealen. Dies ist ein Zeichen dafür, daß eben in diesem Falle erhebliche Quer- und Ringspannungen im Probestab auftreten.

Abb. 4 gibt die Verteilung der relativen Längsverschiebungen w/w_0 in einem Meridianschnitt wieder. Die Dehnung der Querschnitte erfolgt nicht gleichmäßig, sondern die Außenfasern werden viel stärker gedehnt als die inneren Partien. Am meisten macht sich das naturgemäß an den Mantelstellen (Länge $2e$) bemerkbar, die direkt durch die äußeren rein scherenden Kräfte beansprucht werden. An den anderen Mantelstellen liegt die maximale Dehnung dicht unter der Oberfläche, wie die Abb. 4 zeigt. Diese Inhomogenität der Längsdehnung der Mantelzonen in verschiedenem Abstand von den Endflächen, welche durch den Kopfeinfluß in der Praxis eintreten wird, kann zu erheblichen Fehlern bei der Dehnungsbestimmung führen, wenn der Berechnung die einfachere Theorie zugrunde gelegt wird. So ergeben sich beispielsweise an der Oberfläche aus der Berechnung der Dehnungen nach der Filonschen Theorie und durch Berechnung derselben auf die gewöhnliche Weise Unterschiede, die zum Vergleich in folgender kleinen Tabelle verzeichnet sind:

Verschiebungen	$z = 0{,}1c$	$0{,}2c$	$0{,}3c$	$0{,}4c$	$0{,}5c$
ber. n. Filon .	0,10972	0,22900	0,38253	0,59238	0,67152
ber. gew. Theorie	0,10000	0,20000	0,30000	0,40000	0,50000
Unterschied . .	0,00972	0,02900	0,08253	0,19238	0,17152
In %	− 8,86	− 12,66	− 21,57	− 32,48	− 25,54

Man erkennt, wie in der Nähe der Einspannung ganz beträchtliche Differenzen auftreten. Auch in der Nähe der Stabmitte würden bei einem relativ kurzen Stab, wie hier betrachtet, die gemessenen Dehnungen an Kern alle sämtlich noch um fast 9% größer sein, als sie rechnungsgemäß bei gleichförmiger Dehnung aller Querschnitte sein sollten.

Aus den Diagrammen für die Spannungen σ_t und σ_z Fig. 5 und 6 geht hervor, daß bei dem betrachteten diskontinuierlichen Übergang der Schubspannungen am Mantel von Null auf die Werte +- oder $-S$, wie er durch die in Abb. 2 gezeichnete Kopfform zustande kommt, an den Stellen: $z = +c/3$ und $z = +2c/3$ die Ringspannungen und Längsspannungen positiv bzw. negativ unendlich groß werden. Dies steht im guten Einklang mit den Beobachtungen an solchen Probestäben. Die Übergangsstelle wirkt wie ein Kerb. Das plötzliche Ansteigen der Spannungen im Kerbgrund äußert sich bei plastischen Materialien darin, daß hier zuerst die Elastizitätsgrenze überschritten wird und Bereiche bleibender Deformation auftreten. Dies zeigt die Abb. 4 sehr deutlich. Hierdurch wird der Kerbgrund ausgerundet, und der Stab ist einer weiteren Belastungssteigerung fähig.

In der Praxis wird bekanntlich diesem Umstand dadurch Rechnung getragen, daß der Kopf durch eine

Digitized by Google

Hohlkehle in den zylindrischen Stab übergeht, so daß auch ein möglichst stetiger Übergang der Scherspannungen am Rande erfolgt.

Es zeigt sich ferner an Hand der Abb. 6, daß die indirekt erzeugten Längsspannungen außer an den gefährlichen Mantelstellen, wo die Scherspannungen diskontinuierlich angreifen, verschwinden und im Innern des Stabes endlich und stets kleiner als beim einachsigen Spannungszustand ($\sigma_z = Q$) bleiben. Es muß dementsprechend die äußere Belastung zwecks Erzielung des gleichen mittleren Deformationszustandes höher als beim Idealfall des Zugversuchs sein. Ebenso bleiben die Radialspannungen (σ_R) im Innern stets endlich wie Abb. 7 zeigt.

In der Abb. 8 sind schließlich die Schubspannungen innerhalb einer Meridianebene wiedergegeben. Man erkennt, wie der durch das Rechteck gegebene diskontinuierliche Belastungszustand nur lokaler Natur ist und in den Innenzonen mehr und mehr zu einer gleichmäßigen Schubspannungsverteilung führt. Der allmähliche Übergang wird durch die beiden Maxima der Kurven vermittelt, die mit bei Annäherung an die Oberfläche immer größer werden und deren Abszissen immer näher an die Stellen: $z = \pm c/3$ und $z = \pm 2c/3$ heranrücken. Ähnliches gilt auch für die Verteilung der anderen Spannungen.

Eine experimentelle Nachprüfung dieser theoretischen Spannungsverteilung im elastisch gedehnten Probestab steht noch aus. Sie ließe sich durch Beobachtung der Spannungsdoppelbrechung im linear polarisierten Licht bei isotropen, durchsichtigen Stoffen (z. B. Glas, Zellophan) erschließen (Mesnager[1], Hönigsberg[2]), wie zahlreiche schöne Beispiele besonders von Coker[3] und Filon[4] zeigen.

3. Bemerkungen über die Gültigkeit des Hookeschen Gesetzes.

Im elastischen Bereich wird allgemein bei kleinen Dehnungen die Gültigkeit des Hookeschen Gesetzes $\varepsilon = \alpha \cdot \sigma$ angenommen, und die Spannung, bei welcher Abweichungen hiervon eintreten, als Elastizitätsgrenze bezeichnet. Die Versuche von C. Bach u. a. haben jedoch gezeigt, daß dem Hookeschen Gesetz keine allgemeine Gültigkeit zukommt. Viele Materialien, Gußeisen, natürliche und künstliche Gesteine, sowie Gummi usw. zeigen überhaupt keine Proportionalität (s. C. Bach, Elastizität und Festigkeit (1899, 1920) S. 57).

Dieses ist auch aus dem Grunde erklärlich, weil eine untere Elastizitätsgrenze im strengen Sinne in polykristallinen Konglomeraten überhaupt nicht existiert[1]. Schon bei niedrigen Spannungen erleiden einzelne Kristalle dauernde Verformungen. Da ihre Zahl bei wachsender Spannung immer mehr zunimmt, wird die Abweichung von der Proportionalität immer größer

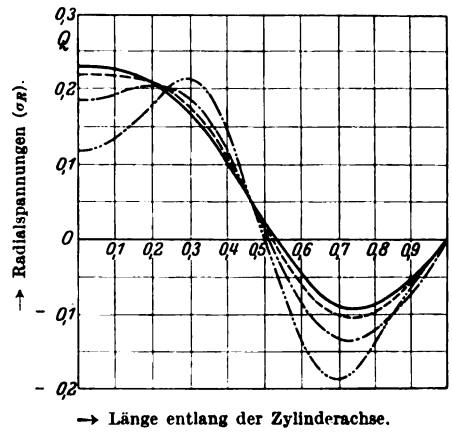


Abb. 7. Verteilung und Größe der Radialspannungen (σ_R) entlang der Zylinderachse für verschiedene Querschnitte.
——— Kurve für $R = 0$ (Zylinderachse)
– – – – – – „ „ $R = 0{,}2a$
– · – · – · „ „ $R = 0{,}4a$
– · · – · · – · · „ „ $R = 0{,}6a$.
(Nach Filon.)

und an einem gewissen Punkte bemerkbar (P-Grenze), da zwischen dauernder Verformung und Spannung sicherlich kein Proportionalitätsgesetz besteht. Bei noch weiterer Vergrößerung der Zahl der plastisch ver-

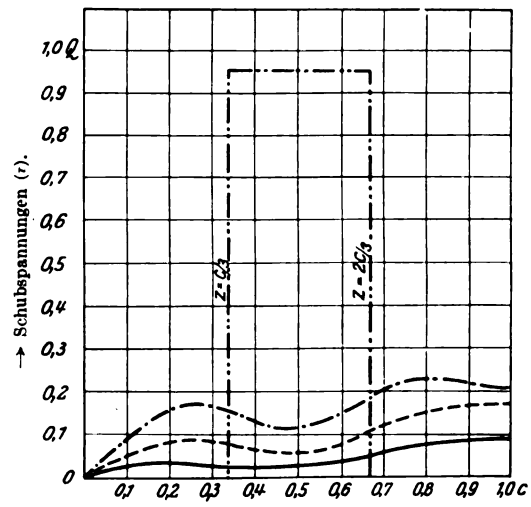


Abb. 8. Verteilung und Größe der Schubspannungen entlang der Zylinderachse für verschiedene Querschnitte.
——— Kurve für $R = 0{,}2a$ – · – · – · – Kurve für $R = 0{,}6a$
– – – – – – „ „ $R = 0{,}4a$ – · · – · · – · · – „ „ $R = a$.
(Nach Filon.)

formten Kristalle verstärkt sich die Abweichung mehr und mehr und nach Entlastung sind bleibende Dehnungen im merklichen Betrage vorhanden (E-Grenze).[2]

[1] Mesnager. Mesure des efforts intérieurs dans les solides et applications. Budapester Kongreß 1901 und „Contribution à l'étude de la déformation élastique des solides", Ann. des Ponts et Chems. 1901.

[2] O. Hönigsberg, Unmittelbare Abbildung der neutralen Schichte bei Biegung durchsichtiger Körper im zirkularpolarisierten Licht. Intern. Verb. f. d. Materialprüf. d. Techn. Brüsseler Kongreß 1906.

[3] E. G. Coker, vgl. z. B. Some engineering problems of stress distribution. Proc. 1. Intern. Congr. f. appl. mechanics. Delft 1924.

[4] L. N. G. Filon, On the graphical determination of stress from photoelastic observations. Brit. assoc. Rep. 91. London 1924.

[1] Grundsätzlich könnte zwar von derjenigen Spannung gesprochen werden, die den zur Überschreitung der E-Grenze günstigst gelegenen Kristall bleibend zu verformen vermag. Diese Größe hat jedoch keinen praktischen Wert, da sie sich zur Zeit selbst mit den feinsten Meßinstrumenten nicht feststellen läßt. Vgl. H. v. Wartenberg, Über elastische Nachwirkung bei Metallen. Verh. d. D. phys. Ges. Bd. 20, S. 113, 1918.

[2] F. W. Geiss, Over de elasticiteit der Metalle. Nederl. Tijdschr. foor Natuurk. 3e Jaarg. blz. 232, 1923.

Digitized by Google

Bei Einzelkristallen dagegen fällt diese primäre Inhomogenität der Kristallorientierung auf die elastischen Verhältnisse weg, da sich hier nach Versuchen verschiedener Autoren im elastischen Gebiet übereinstimmend strenge Proportionalität zwischen Spannung und Verformung ergeben hat.

Über die Art des tatsächlichen Verformungsgesetzes pseudoisotroper polykristalliner Werkstoffe liegt eine umfangreiche Literatur[1] vor. Am besten scheinen die Formeln von Schüle: ($\varepsilon = \alpha \cdot \sigma^m$) (s. Bach, Elastizität und Festigkeit S. 110), sowie die parabolische Formel von Mehmke und Jensch: ($\varepsilon = \alpha \cdot \sigma + b \cdot \sigma^2$ usw.), wie auch das Hyperbelgesetz: $\left(\varepsilon = \frac{\sigma}{\alpha - b\sigma}\right)$ innerhalb der Fehlergrenzen die genaueren Messungen wiederzugeben. Die Übereinstimmung, die mit den verschiedenen Ansätzen zwischen gemessenen und errechneten Größen sich erreichen läßt, beweist, daß diese Formeln keine physikalische Bedeutung haben, sondern nur empirische Näherungsformeln darstellen. Die moderne Theorie der Kristallkonstitution zeigt, daß das elastische Verhalten eines Kristalls sich als resultierende Funktion zwischen Anziehung und Abstoßung der Atome im Raumgitter darstellen läßt, wobei das elastische Potential nach Potenzen der Verzerrung entwickelt werden kann, ohne daß indessen bis jetzt ein geschlossener Ausdruck angebbar ist (Born[2], Zwicky[3]). Umgekehrt folgt hieraus ohne weiteres, daß die Verzerrung ebenfalls in eine Potenzreihe nach der Größe der elastischen Kräfte entwickelbar ist, und daß somit eine strenge Proportionalität zwischen Verzerrung und Spannung physikalisch nicht begründet ist.[4]

II. Spannungen und Verformungen im Bereich *I* bis *II* (Elastizitäts- bzw. Streckgrenze-Höchstlast).

1. Inhomogenität des Spannungs- und Verformungszustandes.

Es ist eine bekannte Erfahrungstatsache, daß die Verformung eines Werkstoffes, insbesondere eines Metallkörpers nach Überschreitung der Elastizitätsgrenze (*I*) auch bei an sich in meßbaren Bezirken homogenem Spannungszustand, inhomogen verläuft. Jedes Einzelkristallkorn wird entsprechend seiner Orientierung zu den Hauptachsen des Spannungsfeldes verschiedenartig beansprucht, und nur bei sehr feinem Korn verhält sich der Stab annähernd so homogen, wie die Theorie voraussetzt.

Nun ist es aber Tatsache, daß homogene, insbesondere einachsige Spannungszustände bei der üblichen Versuchsanordnung, wie oben bereits gezeigt wurde, nicht einmal bei rein elastischer Beanspruchung des Probestabes exakt verwirklicht sind, da die Übertragung der äußeren Zugkräfte auf den Stab praktisch stets durch Vermittlung von scherenden Kräften am Mantel erfolgt. Nur bei einem sehr langen Stab dürfte in genügender Entfernung von der Einspannung der Spannungszustand einigermaßen einachsig und homogen sein.

Es trifft dies in noch viel stärkerem Maße bei der überelastischen Beanspruchung des Stabes zu, wo die Inhomogenität des Verformungszustandes makroskopische Größe erreicht.

Bei einem verhältnismäßig kurzen Probestab bilden die Querschnitte eine Art hyperbolischer Rotationsfläche (Martens), die nur an der engsten Stelle annähernd den Durchmesser hat[1], den der Stab bei völlig gleichmäßiger Dehnung haben würde (Abb. 10). In der Praxis wird der Einfluß der Stabköpfe auf die Dehnungen schon bei einer Entfernung von 1—3 Durchmessern unmerklich, wie die Untersuchungen von Rudeloff, Bach, Martens ergeben (s. a. die Bilder des Flachstabes, Abb. 9, bei dem die eingeritzten Querlinien schon bei dem 4. Quadrat gerade werden). Die Wirkung der Reibungskräfte nimmt erfahrungsgemäß innerhalb der gleichen Querschnitte mit der Entfernung von der Staboberfläche nach der Mitte zu ab (s. Martens, Abb. 10), so daß diese Teile zuerst deformiert werden, wie man das an den eingeritzten Querstrichen in der Abb. 9 (Flachstab) erkennt. Die Art des Fortschreitens des verformten Gebietes bei Flachstäben mit der üblichen Kopfform ist an der Abb. 11 sehr schön zu erkennen. Das Fließgebiet breitet sich halbmondförmig innerhalb eines von zwei schrägen Graden begrenzten Streifens aus, in dem zunächst auf der Breitseite wagerechte, später schräg verlaufende Gleitschichten auftreten (Jevons). Dadurch, daß die Fließbewegungen im Querschnitt ungleichmäßig sind, zieht die Stabmitte in der Nähe der Hohlkehle die Oberfläche sozusagen nach sich, so daß die entstehende Kontur der Oberfläche im Längsschnitt einer Traktix ähnelt. (Vgl. Abb. 10.)

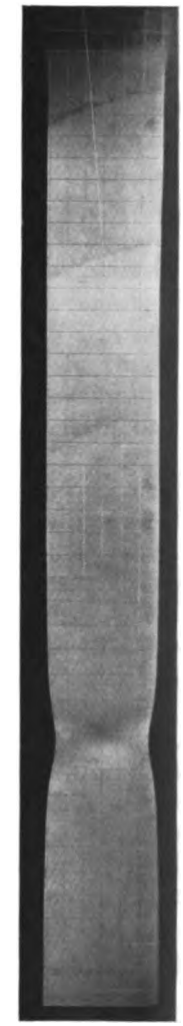


Abb. 9. Inhomogene Deformation beim Zugversuch an einem Flachstab.

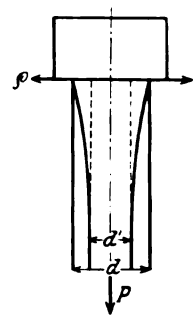


Abb. 10. Einfluß des Kopfes auf die Querschnittsverminderung beim Zugversuch.

Diese Tatsachen lassen sich einfach erklären, wenn man annimmt, daß der inhomogene Spannungs- und Verformungszustand, welcher durch die Art der Einspannung bereits im elastischen Bereich

[1] Näheres s. die Zusammenstellung von R. Mehmke, Z. f. Math. u. Phys. 1897.

[2] M. Born, Atomtheorie des festen Zustandes (Dynamik d. Kristallgitter). 2. Aufl. Leipzig u. Berlin 1923,

[3] Zwicky, Die Reißfestigkeit von Steinsalz, Phys. Zeitschr. Bd. 24, S. 131, 1923.

[4] Auf Grund von Betrachtungen über das verallgemeinerte Potential der elastischen Kräfte hat W. Voigt bereits im Jahre 1894 eine solche Reihenentwicklung: $\varepsilon = a_1\sigma + a_2\sigma^2 + a_3\sigma^3 + \ldots$ aufgestellt. (Wiedem. Ann. Bd. 52, S. 536, 1894.

[1] In der Abnahme der Reibungskräfte nach der Stabmitte zu dürfte die Erfahrungstatsache begründet sein, daß bei homogenem Material sich die Einschnürung in der Regel in der Stabmitte bildet.

Digitized by Google

($O-I$) hervorgerufen wird, auch bei der Überschreitung der Elastizitätsgrenze im großen und ganzen bestehen bleibt[1]. Unter dieser Voraussetzung werden die Quer- und Längsfasern des zylindrischen Stabes annähernd die in Abb. 3 nach Filon gezeichneten Verzerrungen erhalten, die aus den elastischen Verzerrungen durch entsprechende Vergrößerung hervorgehen. Man erkennt sehr schön aus dem Verlauf entsprechender Kurven dieser Abbildung, daß die vorher zylindrische Kontur in eine konkave Rotationsfläche übergeht und daß die Außenzonen des Stabes in viel höherem Maße gedehnt werden als die mehr nach der Stabachse zu gelegenen Partien. Auf eine quantitative Untersuchung dieser Verhältnisse kann hier aber nicht eingegangen werden.

2. Kennzeichnung des Verformungszustandes durch Fließ- bzw. Kraftwirkungsfiguren.

Die Inhomogenität des Spannungszustandes hat somit eine entsprechende Inhomogenität des Verformungsfeldes zur Folge. Die Gebiete, in denen die Spannungen zuerst die mittlere E-Grenze überschreiten, werden auch zuerst bleibend verformt. Ihre Lage und Größe hängt von den Hauptachsen des Spannungstensors im Stab ab.

Die Gebiete der zuerst entstehenden plastischen Verformung erscheinen makroskopisch an der Oberfläche eines blank polierten Probekörpers als matte Stellen oder Liniensysteme (Fließfiguren[2]). Sie stellen die Anschnitte von gesetzmäßigen Verformungszonen im Probekörper dar[3], die eine Verschiebung der angrenzenden starren Teile vermitteln. Aus diesem Grunde werden solche Schichten in der Mechanik auch als Gleitflächen bezeichnet, in dem man sie auf unendliche kleine Dicke reduziert, also als mathematische Flächen ansieht und die Verschiebung als sprungweise Gleitung betrachtet.

Diese makroskopischen „banalen"[4] Gleitflächen sind wohl zu unterscheiden von den „kristallographischen" Gleitflächen, längs denen die Teile des einzelnen Kristalles sich verschieben. Letztere sind in ihrer Lage durch den Kristallfeinbau und Kristallaufbau festgelegt und gesetzmäßig mit den Kristallachsen verbunden. Sie hängen nur insofern von dem Spannungszustand ab, als die Auswahl der Gleitflächen und -richtungen unter den möglichen vorgegebenen so erfolgt, daß die Richtung der maximalen Schubspannungen möglichst in der Nähe einer Gleitfläche und Gleitrichtung liegt (Taylor und Elam[1]). Die deformierten Kristalle bilden einen Komplex, der als banale Gleitschicht in Erscheinung tritt. Daß die Ausbildung dieser Fließbereiche nicht auf die Oberfläche beschränkt ist, sondern auch im Inneren des Materials vor sich geht, läßt sich an Quer- und Längsschnitten von Probestäben nach verschieden starker Beanspruchung mit Hilfe der Fryschen Ätzung sehr schön demonstrieren. In der Abb. 10 sind mehrere so behandelte Stäbe nach Jevons (l. c.) wiedergegeben, bei denen die bleibende Dehnung 2, 10 und 15% beträgt. Man erkennt, wie die Fließbereiche mit fortschreitender Dehnung immer enger aneinanderrücken, so daß schließlich der Längsschnitt ganz gleichmäßig verformt erscheint, wie es auch aus der Oberflächenbeschaffenheit zu schließen ist.

Es sei auch gleich an dieser Stelle auf den Einfluß der Einspannung hingewiesen, der in den Abbildungen 11 deutlich hervortritt. An den Stellen (Hohlkehlen), wo der Stab in den breiteren Kopf übergeht, treten besonders starke Spannungen und Deformationen auf. Von den intensiv schwarz erscheinenden Stellen breiten sich flammenförmige Fließzonen in zwei gegeneinander um etwa 90° geneigten Richtungen aus. Über die Kraftwirkungsfiguren, welche in den Teilen der örtlichen Einschnürung entstehen, wird später berichtet werden (vgl. Abschnitt III, 4, b).

Fließfiguren treten hauptsächlich bei Eisen und Stahl, seltener bei Kupfer, Messing, Zink in ausgeprägter Weise auf[2]. Abgesehen von der chemischen Beschaffenheit, die ja überhaupt die elastischen und plastischen Verhältnisse bedingt, spielt die Vorbehandlung hierbei eine ausschlaggebende Rolle[3]; denn nur bei vollständig unregelmäßigem Haufwerk ist die Wahrscheinlichkeit dafür gegeben, daß der Stab bei homogenem Spannungszustand in allen Teilen gleichmäßig zur plastischen Verformung kommt, dagegen sind bei einer orientierten Gefügeausbildung (Walz-, Fasertexturen usw.) einzelne Zonen vor den anderen ausgezeichnet.

Wie neuere Untersuchungen (Carpenter und Elam[4], Glocker[5], Schiebold-Sachs[6]) ergeben haben, läßt sich oft auch durch lang andauernde Glühbehandlung keine unregelmäßige Orientierung der Körner herstellen,

---

[1] Die von verschiedenen Autoren unternommenen Versuche, die Formänderungen plastischer Werkstoffe bei teilweiser Überschreitung der (Elastizitätsgrenze) Fließgrenze zu berechnen, haben erwiesen, daß der zunächst für den rein elastischen Bereich ermittelte Spannungszustand keine wesentliche Änderung erfährt, wenn die plastische Deformation ein gewisses Maß nicht überschreitet. (Vgl. hierzu: Hungerer und Koenigsberger: Z. Phys. Bd. 31, S. 903. 1925; A. Haar und Th. v. Karman: Göttinger Nachr., math.-phys. Kl. 1909; A. Nadai: Z. ang. Math. Mech. E. Bd., S. 442. 1923; ders. Der bildsame Zustand der Werkstoffe, Berlin 1927, daselbst viele wertvolle Literaturhinweise. E. Trefftz: Z. ang. Math. Mech. T. Bd., S. 65. 1925.)

[2]) Die Fließfiguren wurden zuerst von Lüders am weichen Eisen beschrieben (Dinglers Polytechnisches Journal 1854).

[3] J. D. Jevons (J. Iron Steel Inst. Bd. 111, Nr. 1, S. 128ff. 1926) hat durch Ätzversuche nachgewiesen, daß die durch die Fließfiguren gekennzeichneten Gleitschichten den Stab durchsetzen und in ihrer Lage und Gestalt mit den nach Durchschneidung des Stabes durch Ätzung erhaltenen Deformationslinien übereinstimmen. Vgl. auch W. Turner und J. D. Jevons, ebenda p. 169ff. In ähnlicher Weise sind auch die bei der Fry'schen Ätzung erhaltenen „Kraftwirkungsfiguren" zu erklären.

[4] W. v. Moellendorff und J. Czochralski: Z. V. d. I. 1913, S. 1014.

[1] G. J. Taylor und C. F. Elam: The distortion of on Aluminium crystal during a tensile test. Proc. Roy. Soc. Bd. 102 A, S. 643 bis 647. 1923.

[2] Vgl. bes. L. Hartmann, Distribution des Déformations dans les metaux soumis à des efforts. Paris (1896).

[3] Die Kristalle des Körpers dürfen vor dem Versuch z. B. durch Walzen gar nicht oder nur wenig deformiert sein.

[4] H. C. M. Carpenter a. C. F. Elam, Journ. of the Inst. of Metals Bd. 25, S. 259/307, 1921 I.

[5] R. Glocker: Z. Phys. Bd. 31. S. 386, 1925. R. Glocker und H. Widmann, Ebda. Bd. 18, S. 41, 1927.

[6] E. Schiebold und G. Sachs: Bestimmung der Kristallorientierung aus Lauediagrammen. Zeitschr. f. Krist. Bd. 63, S. 34, 1926.

Digitized by Google

da die Rekristallisationstextur im ursächlichen Zusammenhange mit der primären Verformungstextur steht (Kupfer). Bei gewalzten Rundstäben, die in der Walzrichtung entnommen sind, ist die Walzebene vor den anderen Ebenen ausgezeichnet. Es entstehen deshalb an Kupferstäben bei Übertretung der Elastizitätsgrenze zwei diametral gegenüberliegende Längszonen, in welchem die Kristalle plastisch verformt sind, während die anderen Gebiete keinerlei bleibende Verformung zeigen[1].

In einem gewalzten Rundstab aus Flußeisen treten entsprechend der Lage der Walzebene zwei sich unter

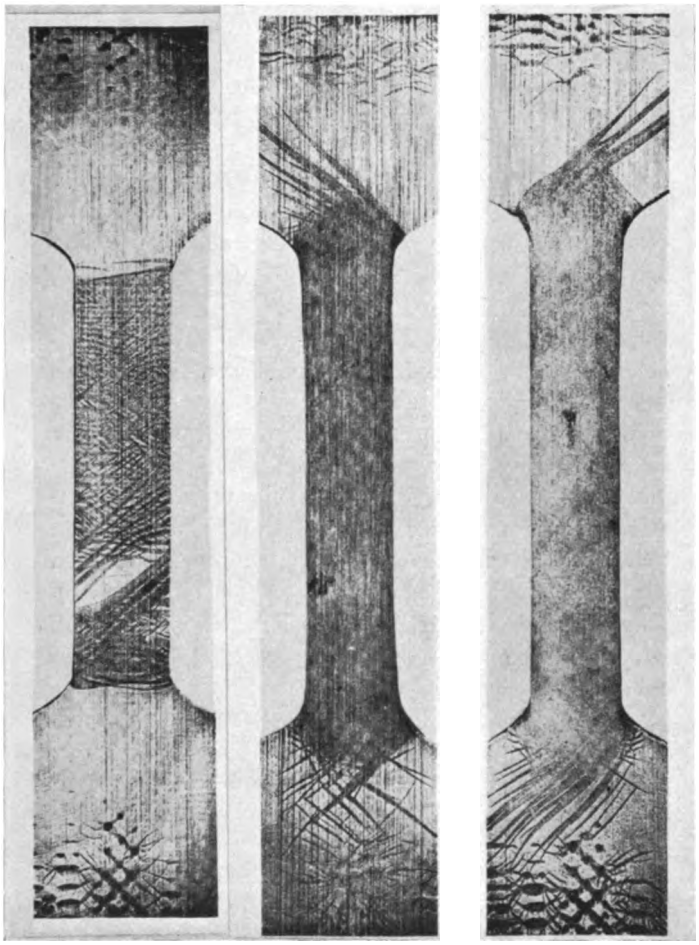


Abb. 11. Kennzeichnung und Ausbreitung der Fließbereiche in geätzten Längsschnitten von Zugproben mit verschieden großer bleibender Dehnung. (Linker Stab 2 %, mittlerer Stab 10 %, rechter Stab 15 % gedehnt.) (Nach Jevons).

etwa 80° kreuzende Systeme von elliptischen Fließlinien auf (Abb. 12a und 12b), während ein geglühter Stab zuweilen über den ganzen Umfang verteilte spiralförmige Fließfigur zeigt Abb. 12c.

Ferner scheint die Korngröße von sehr maßgebendem Einfluß zu sein. Eisen dürfte auch deswegen besonders scharfe Fließzonen zeigen, weil es auch in geglühtem Zustande in der Regel viel feinkörniger ist als Kupfer, Aluminium usw.

[1] Nach Kirsch (l. c.) scheint die Widerstandsfähigkeit (Festigkeit) des Materials ohne Einfluß auf die Fähigkeit, Fließfiguren zu sein, da sowohl sehr feste als auch sehr wenig feste Materialien keine Fließfiguren zeigten, oder wenigstens nur wie ein über den Stab laufender Hauch erschienen.

Ist eine Inhomogenität des Materials an irgendeiner Stelle des Stabes vorhanden, entweder dadurch, daß die chemische Zusammensetzung verschieden ist oder daß ein Kriställchen besonders leicht deformierbar ist, so breitet sich die Deformation von dieser Stelle weiter aus, und zwar hauptsächlich in den Richtungen der größten Schubspannungen. Die Ausbreitung klingt nun dadurch in den nicht mit den größten Schubspannungen zusammenfallenden Richtungen rasch ab, daß die vielen Korngrenzen der Verformung einen hohen Widerstand entgegensetzen und in einem größeren Abstande die Körper nur noch elastisch deformiert werden.

Je feinkörniger das Material ist, um so schneller klingt die Verformung ab, und es entstehen verhältnismäßig schnell und scharf abgegrenzte Fließbereiche. Bei gröberem Korn ist die Summe der Korngrenzen um das gestörte Korn geringer. Die Deformation kann sich daher viel weiter ausbreiten, so daß verhältnismäßig breite und unscharf begrenzte Gebiete (z. B. bei Kupfer) sichtbar werden. Im Mikroskopbild gibt sich dieses Ab-

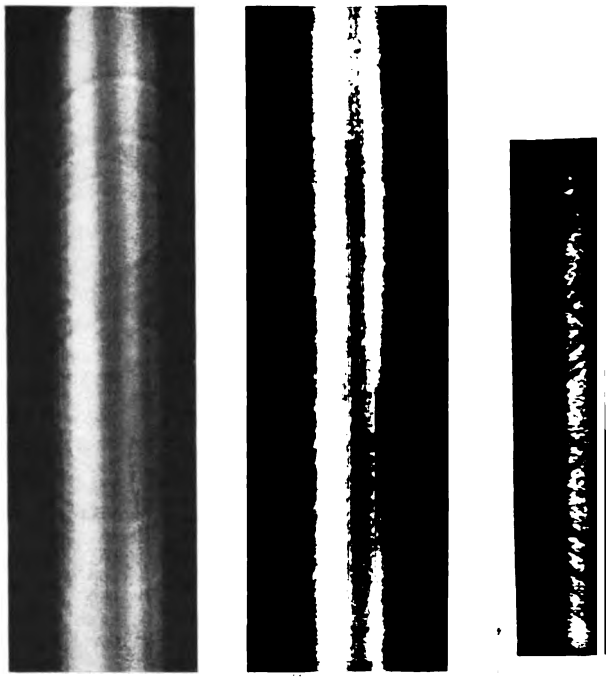


Abb. 12a. Abb. 12b. Abb. 12c

Abb. 12a und 12b. Systeme elliptischer Fließfiguren auf einem durch Walzen äolotrop gewordenen Rundstab nach dem Zugversuch. Abb. 1 Vorderansicht. Abb. 12b: Seitenansicht. Abb. 12c. Spiralförmige F figuren auf einem Rundstab nach dem Zugversuch. (Nach Marte

klingen dadurch zu erkennen, daß die Zahl der plastisch verformten Kristalle (sichtbar an den Gleitlinien) neben den nur elastisch deformierten Körnern immer geringer und in einem gewissen Abstand schließlich gleich Null wird. Aus diesem Grunde treten bei Kupfer im allgemeinen keine scharf begrenzten Fließfiguren auf, da die Inhomogenitäten so dicht liegen, daß sich die Fließgebiete überschneiden. Es entstehen so ausgedehnte „Fließbereiche", die nur gegenüber den Stellen der rein elastisch deformierten Teile ausgesprochene Grenzen aufweisen.

Mit wachsender Korngröße des Materials macht sich das individuelle Verhalten der Einzelkristalle immer stärker bemerkbar, wodurch oft die bekannten Erscheinungen der Narbenbildung, Knitterung, Fältelung (Zinn)

Digitized by Google

usw. zustandekommen[1]. Bei völlig homogenem Material und homogenem Spannungszustand müßte die plastische Deformation im ganzen Körper gleichzeitig eintreten, ohne daß irgendwelche Fließgebiete abgegrenzt würden. In Wirklichkeit ist auch der äußerlich homogenste Stoff mit nach Wahrscheinlichkeitsgesetzen verteilten Inhomogenitäten behaftet, welche örtliche Unterschiede erzeugen[2]. Auf diese Weise erklären sich nicht nur die Fließfiguren, sondern auch bekanntermaßen das Auftreten der Einschnürung (s. später)[3].

3. Spezielle Beobachtungen an Flach- und Rundstäben.

a) Flachstäbe.

Eingehende Versuche über das Auftreten und die Weiterbildung der Fließfiguren mit wachsender Belastung sind an Flachstäben von weichem Flußeisen insbesondere von Kirsch[4], Barba[5], Martens[6], Hartmann[7], Nadai[8] Jevons[9], ausgeführt worden.

Einige charakteristische Versuche von Jevons sind in Abb. 11 wiedergegeben. Die wenn auch nur geringe Ungleichmäßigkeit des Materials macht sich indessen bei diesen Versuchen störend bemerkbar, da ein unmittelbarer Zusammenhang der Fließfiguren in den verschiedenen benutzten Stäben nicht besteht und nur im großen und ganzen die Entwicklung der Figuren hervortritt[10].

Es wurde deshalb von uns das Fortschreiten der Fließfiguren an einem und demselben polierten Probestab mit wachsender Belastung untersucht[1]. Die beobachteten Erscheinungen sind in der Abb. 13, Nr. 1—25 nach Photographien wiedergegeben. Der Stab blieb bei allen Aufnahmen bei den jeweiligen Belastungen in der Maschine eingespannt. Infolge der Erholung des Stabes während der Messungen und photographischen Aufnahmen sank die Last ständig etwas ab, so daß keine genauen Belastungswerte erhalten werden konnten. Die unten angegebenen Zahlen sind die mit zunehmender Last zuerst gemessenen Belastungswerte. Zwischen Bild Nr. 18 und Nr. 19 mußte der Versuch aus äußeren Gründen unterbrochen werden, und der Stab blieb 16 Stunden bei ca. 10500 kg in der Maschine eingespannt. Er zeigte nach dieser Zeit trotz der schon begonnenen Einschnürung eine höhere Last, 14000 kg, als die seinerzeit gemessene Höchstlast von 11040 kg.

Bei einer Belastung von 6900 kg (s. Bild Nr. 1) treten an der unteren Hohlkehle die ersten Fließfiguren auf, und zwar auf den Breitseiten als horizontale Streifen, auf der Schmalseite (vgl. die schematische Figur 14) den unter ca. 45° zur Stabseite liegenden Bändern entsprechend. Daneben sind aber auch verwaschene Bänder von annähernd horizontalem Verlauf entstanden. Bei weiterer Belastung (vgl. Bild 2, 3) unterteilen sich die Fließfiguren auf der Breitseite weiter durch schräge unter ca. 30° geneigte schmale Streifen, so daß ein Fließgebiet mit den in den Figuren eingezeichneten Begrenzungen entstand, welches den Stab an den betreffenden Seiten matt erscheinen läßt. Auch auf den Schmalseiten verbreitern sich die Streifen. Diese Verbreiterung der Fließzonen geht im allgemeinen ruckweise vor sich, indem nach Ausbau der bisherigen Fließgebiete plötzlich neue Linien in den bisher undeformierten Stabteil hineinstrahlen und sich bei weiterer Belastung wieder unterteilen, so daß die Grenze der Fließfiguren immer weiter nach der Stabmitte verschoben wird (s. Bilder Nr. 4—10 der Abb. 13).

Die ins einzelne gehende Unterteilung und Ausbildung der Fließzonen ist besonders schön auf den Bildern Nr. 8—10 der Fig. 13 sichtbar. Der in Nr. 8 von rechts hereinragende annähernd horizontale Fließstreifen rückt unter gleichzeitiger Verbreiterung bis zum linken Rand vor. In Bild Nr. 8 zweigt sich von der Mitte aus ein unter 30° verlaufender Fließstreifen nach dem rechten Rande ab, der etwa auf Teilstrich 22 endigt. In dem zwischen dem neuen Streifen und dem ausgedehnten Fließgebiet noch unverformten Zwickel entstehen neue schrägverlaufende scharfe schmale Fließlinien, die schließlich durch neue Verbreiterung und Unterteilung diesen gänzlich ausfüllen. In dieser Weise vollzieht sich (s. Bild Nr. 10) der weitere Ausbau der Fließzonen durch neue Verbreiterung und Abspaltung. Bei weiteren Belastungen treffen die Fließgebiete des oberen und unteren Stabteiles in der Mitte zusammen, so daß der ganze Stab bis auf einige noch nicht gänzlich deformierte

---

[1] Die sog. gleichförmige Dehnung im Gebiete I—II ist hiernach wenigstens in den Anfangsstadien nur örtlicher Natur, da sie auf die einzelnen Fließgebiete beschränkt ist. Infolge der Volumenkonstanz müssen sich bei Verlängerung und Verbreiterung der Fließzonen in der Zugrichtung örtlich Einschnürungen und Vertiefungen der deformierten Partien bilden; die dann die Reflexionsunterschiede ergeben. S. a. L. Hartmann: Commission des méthodes d'essai 1900, S. 104.

[2] Insbesondere gilt dies auch für die durch Homogenität und Anisotropie ausgezeichneten Kristalle. Neuere Untersuchungen haben gezeigt, daß die „reellen" Kristalle oft weit vom idealen Gitteraufbau entfernt und mit „Gitterfehlern" behaftet sind, welche wahrscheinlich auch die Ursache des Auftretens lokal begrenzter Störungszonen (Gleitflächen) bei überelastischer Beanspruchung sind. (Vgl. E. Smekal.)

[3] Nach Hopf und Karman (Lehrb. d. techn. Physik von G. Gehlhoff, Bd. I, S. 103, 1924) hängt das Auftreten der Fließfiguren mit der Art der Lastdehnungsdiagramme eng zusammen. Gerade solche Stoffe zeigen ausgeprägte Fließfiguren, die eine ausgeprägte Streckgrenze zeigen. Geht die Streckung unter abnehmender Belastung vor sich, wie es zwischen der sog. oberen und unteren Streckgrenze der Fall ist, so müßten notwendigerweise jene Gleitflächen hervortreten, längs denen infolge kleiner Inhomogenitäten des Materials der Widerstand etwas geringer ist.

[4] B. Kirsch, Beitrag zum Studium des Fließens insbesondere beim Eisen und Stahl. Mitt. Königl. Techn. Versuchsanst. Bd. 5, (1887), S. 69/84; Bd. 6, (1888), S. 37/48; Bd. 7, (1889), S. 9/24.

[5] Barba et Duplaix, Sur les essais à la traction. Commission des méthodes d'essay des materiaux de construction III. Bd., (1895) p. 27.

[6] A. Martens, Handbuch der Materialienkunde für den Maschinenbau Bd. I., Berlin 1898.

[7] L. Hartmann, l. c.

[8] A. Nadai, vgl. Anm. 2. S. 11.

[9] Jevons, Journ. of the Iron and Steel Institute, 1924 No. 1, p. 128.

[10] L. Hartmann: Commission des méthodes d'essai 1900, S. 104. „Bei Stahl, Platin, Kupfer, Silber haben die Deformationen in jedem Augenblick eine große Gleichmäßigkeit, während bei Aluminium, Messing die Erscheinungen sich dauernd verändern, so daß man das Umgreifen der Deformation nur durch dauernde Beobachtung und nicht nach beendetem Versuch erkennen kann."

[1] Der Stab wurde vorher mit einer quadratischen Teilung von 5 mm Querlänge auf allen Seiten versehen.

Digitized by Google

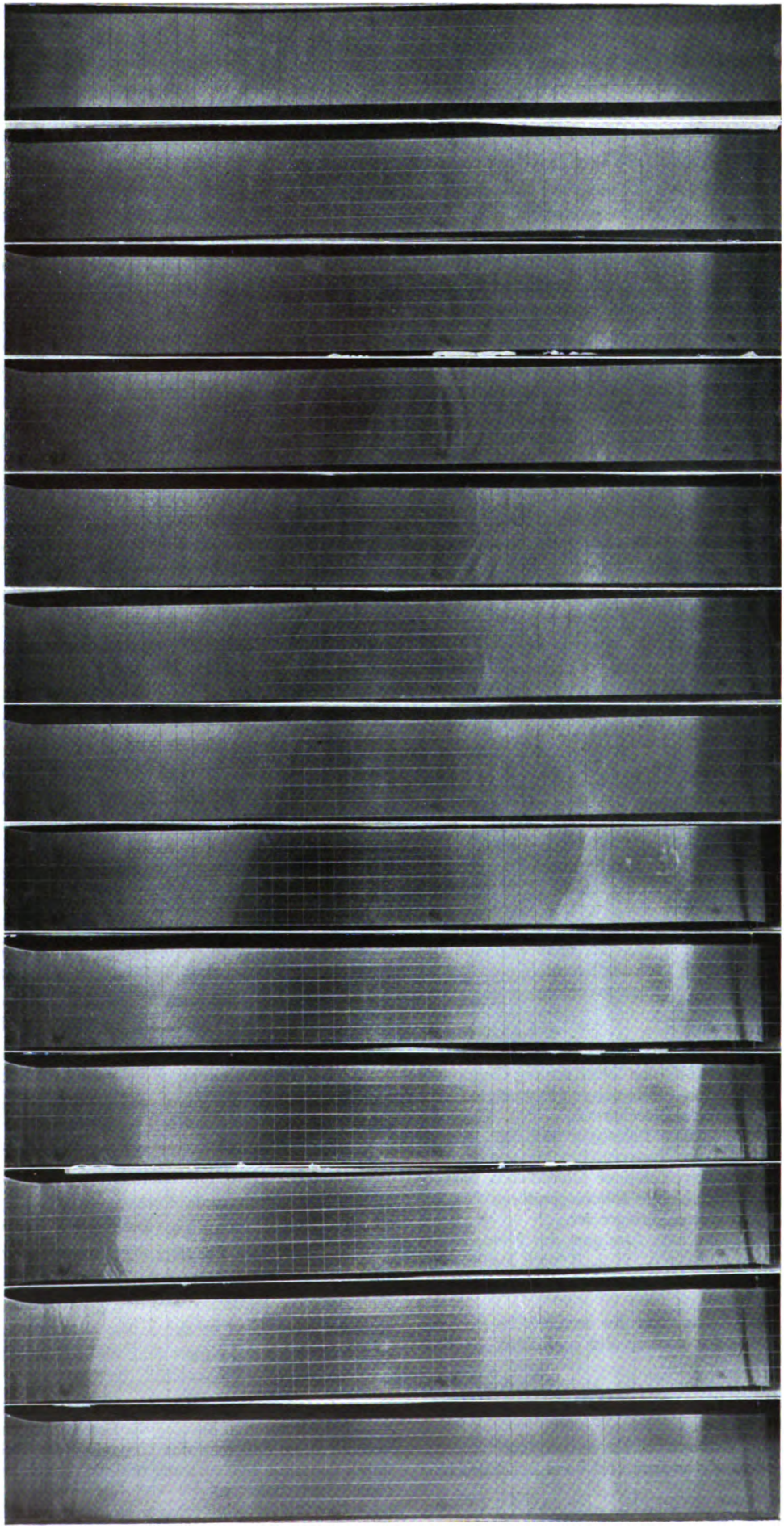
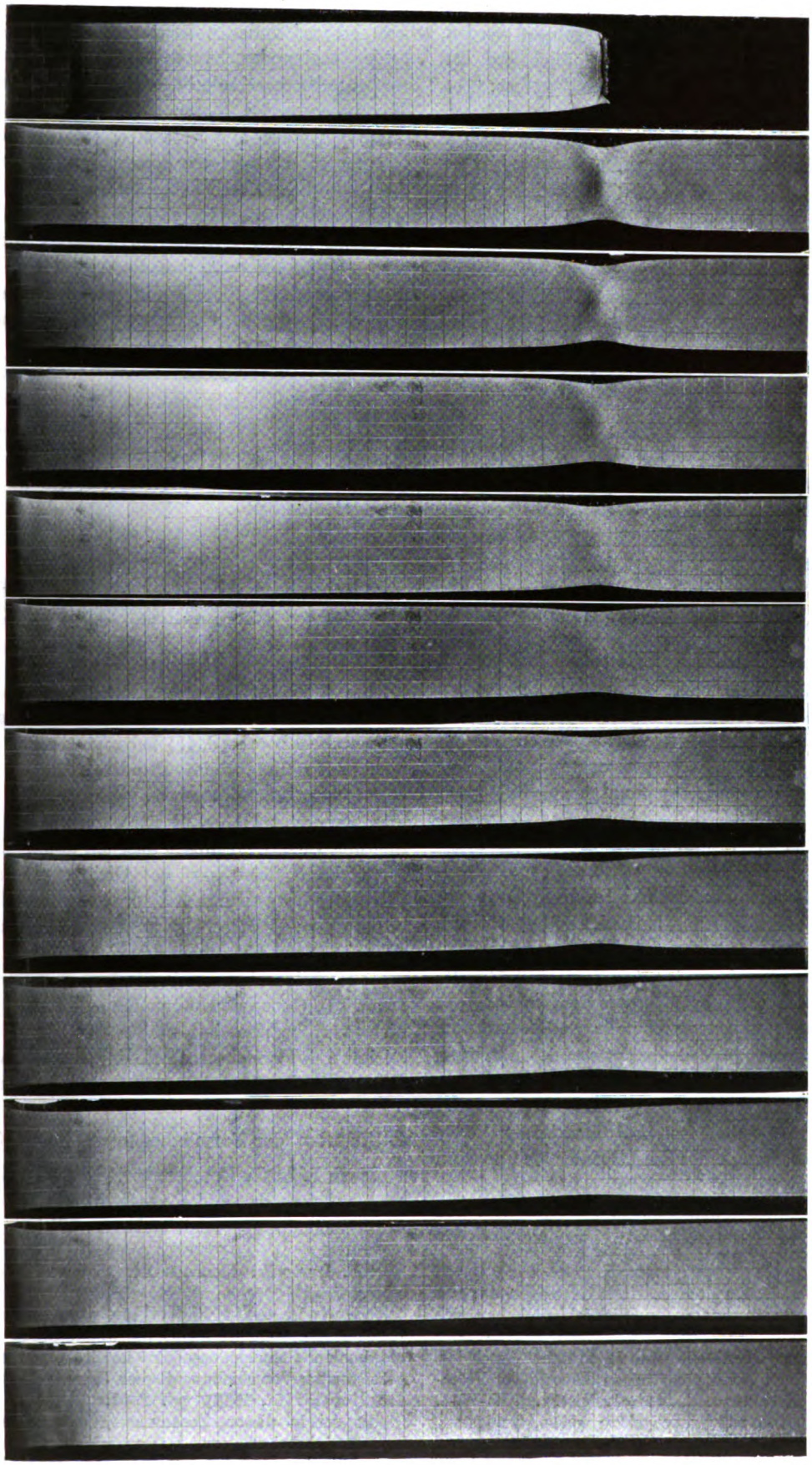


Abb. 13. Ausbreitung der Fließbereiche bei einem Flachstab während des Zugversuchs.

Digitized by Google



Nr. 14. Nr. 15. Nr. 16. Nr. 17. Nr. 18. Nr. 19. Nr. 20. Nr. 21. Nr. 22. Nr. 23. Nr. 24. Nr. 25.

Abb. 13. Ausbreitung der Fließbereiche und Bildung der Einschnürung bei einem Flachstab während des Zugversuchs. (Forts.)

Digitized by Google

Partien matt erscheint[1], einzelne Fließlinien treten jedoch immer stark hervor und bleiben sogar bis zum Bruche erhalten. Auf den weiteren Verlauf der Deformation des Stabes wird später eingegangen werden.

Als Ergebnis des Versuches im Hinblick auf den Deformationsvorgang stellen wir folgendes fest: Das Fließen der Stabteile beim Überschreiten der E-Grenze geschieht durch Gleiten der Stabteile längs annähernd ebener Gleitschichten (s. o.). Im Anfang entstehen bei einem Flachstab von Flußeiesn zwei Scharen von Gleitschichten, die zur Stabachse einen Winkel von etwa 45° bilden und auf den Breitseiten annähernd horizontal einfallen (vgl. die schematische Figur 14) und annähernd aufeinander senkrecht stehen. Jedoch tritt wohl infolge nicht völlig symmetrischen Kraftangriffes im allgemeinen nur die eine Schar bevorzugt auf, wie dies in den schematischen Figuren ersichtlich ist. Später, bei weiterer Deformation, verwischt sich der Unterschied. Fast gleichzeitig in der Regel aber erst bei weiterem Verlauf der Deformation treten zwei weitere Scharen von Gleitschichten auf, die auf den erstgenannten ungefähr senkrecht stehen und auf den Breitseiten schräg unter einem Winkel von 30 bis 40° verlaufen. Die Lage dieser Gleitschichten im prismatischen Stab ist in der Figur 14 gekennzeichnet. Da sich die verschiedenen Systeme von Gleitschichten bei der Deformation gleichzeitig betätigen, erfahren die Teilchen des Materials resultierende Verschiebungen, die in der Richtung der Resultierenden der entsprechenden Schubspannungen liegen. Die Richtung der Gleitbewegungen der einzelnen Kriställchen fällt natürlich nicht im allgemeinen mit der resultierenden Richtung der größten Schubspannungen zusammen; doch lassen sich diese Einzelbewegungen zur Zeit noch nicht genügend überblicken. Es steht jedoch fest, daß die Bahn der Gitterbereiche bei Verformung eines Kriställchens als Funktion der Dehnung eine äußerst komplizierte ist[2].

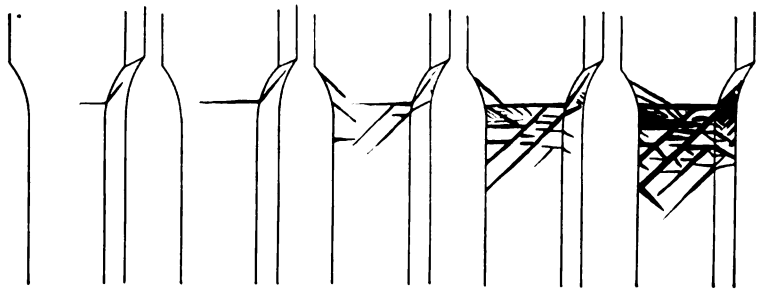


Abb. 14. Auftreten zweier Systeme sich kreuzender Fließfiguren an einem gedehnten Flachstab (schematisch).

Die Bildung eines Fließgebietes, das sich über den ganzen Querschnitt erstreckt, ist einer kleinen örtlichen Einschnürung vergleichbar und insofern mit einem Lastabfall verbunden; dementgegen wirkt die wahre Verfestigung, die beim Gleiten der Kristallteile gegeneinander auftritt. Je nach dem Verhältnis beider zueinander könnte der Lastabfall kompensiert werden; die kontinuierliche Kurve des Last-Dehnungsdiagramms würde hiernach zwischen der oberen und unteren Grenze aus so vielen einzelnen Stücken zusammengesetzt sein, als Fließgebiete entstehen. Wenn der ganze Stab von Fließschichten durchsetzt ist, tritt eine Laststeigerung ein, da eine jede neue Verschiebung in einem bereits verfestigtem Material vor sich gehen muß. Es ist bekannt, daß die Ausbildung neuer Gleitflächen durch die Blockierung außerordentlich erschwert wird (P. Ludwik, M. Polanyi, G. Masing).

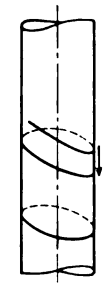


Abb. 15. Ausbildung schraubenförmiger Fließfiguren bei gedehnten Rundstäben infolge Inhomogenität des Materials bzw. exzentrische Kraftwirkung.

b) Rundstäbe.

Bei Rundstäben werden Fließfiguren auch bei gleichem Material weit seltener beobachtet als bei Flachstäben. B. Kirsch (S. 48) behauptet sogar, daß sie gar nicht auftreten. Beim Rundstab findet man neben elliptischen Fließfiguren oft spiralförmige Linien, die man in erster Näherung als deformierte, in der Zugrichtung verzerrte Ellipsen ansehen kann. Diese können leicht durch Störungen des Gleitvorganges entstehen. Ellipsen würde man erhalten, wenn der Fließvorgang in der ebenen Fließschicht in allen Azimuten gleichzeitig entsteht, Schraubenlinien dann, wenn die einzelnen Azimute nacheinander von der Verformung ergriffen werden (Abb. 15). Genauere Untersuchungen darüber liegen noch nicht vor, insbesondere müßte der Einfluß der Exzentrizität und Versuchsgeschwindigkeit neben der etwaigen Äolotropie des Materials berücksichtigt werden.

4. Theorien der Formänderungen im Gebiete I bis II.

Nach P. Ludwik[1] beruht jede bleibende Formänderung auf einer dauernden gegenseitigen Verschiebung der Stabteilchen längs Gleitflächen[2]. Wirksam ist hierbei

[1] Die früheren Beobachter z. B. Kirsch sagen: die Fließfiguren sind verschwunden. In Wirklichkeit haben sich z. B. bei Eisen und Stahl die Fließfiguren so fein verteilt, daß die ganze Oberfläche einheitlich matt erscheint.

[2] Anm. v. d. Korr. Nach einer neuen Theorie der Formänderung von F. Körber u. E. Siebel, Mitt. a. d. K.-W.-I. f. Eisenforschung Abb. 105 u. 106, 1928; sollte, wenigstens im Gebiete starker Deformationen die Formänderung auf zwei gleichwertigen Gleitsystemen vor sich gehen, deren Lage von der mittleren Hauptspannung abhängt. Die Theorie gibt eine befriedigende Erklärung für das Auftreten des Reißwinkels in Flachstäben.

[1] P. Ludwik: Elemente der technologischen Mechanik. 1909.

[2] Ludwik denkt hierbei nicht an kristallographische Gleitflächen, sondern meint die allein durch die Lage der maximalen Schubspannungen im isotropen Material vorgezeichneten Verschiebungsebenen (banale Gleitflächen W. v. Moellendorffs, 1913), vgl. S. 21.

Es sei in diesem Zusammenhang auch auf die grundlegenden Arbeiten von A. Rejtö hingewiesen, z. B. Baumaterialienkunde Jahrg. 1897/98, Bd. II, S. 231 und sein Buch; Prinzipien der theoretischen, mechanischen Technologie der Metalle, das im V. D. J. Verlag in neuer Auflage erschienen ist (1927).

Digitized by Google

die durch die Zugbelastung P hervorgerufene maximale Schubspannung τ_{max}, die in Flächen unter 45° zur Stabachse herrscht. Ihr entgegen wirkt die innere Reibung R, die Ludwik als speziellen Schubwiderstand in der Gleitfläche auffaßt. Die ersten bleibenden Verschiebungen der Teilchen längs der Gleitfläche treten demnach erst dann ein, wenn $\tau_{max} = R$ wird. In Übereinstimmung mit dem Experiment wird die innere Reibung von der Belastung abhängig angenommen, so daß im allgemeinen die Richtung der Gleitflächen mit der Richtung der Flächen der maximalen Schubspannungen einen kleinen Winkel (den Wirkungswinkel ω) einschließt. Für den Zugversuch wird der Winkel der Gleitflächen $= 45° + \omega$. Es treten stets zwei gegen die Hauptspannungsrichtung gleichgeneigte Scharen von Gleitflächen auf. Mit fortschreitender Deformation erfolgt:

1. eine zunehmende spezifische Verschiebung γ der Massenteilchen längs zwei Scharen von Gleitflächen;

2. eine zunehmende relative Verdrehung der Gleitflächen gegen die ursprüngliche Lage. Die Beziehung zwischen innerer Reibung R und spezifischer Schiebung γ beeinflußt das Verhalten des Materials wesentlich, wogegen der Einfluß der Verdrehung β weniger in Erscheinung tritt bzw. ganz verschwindet. Diese Beziehung wird durch die „Fließkurve" charakterisiert, welche man erhält, wenn als Ordinate die innere Reibung: $R = c\frac{^1/_2 P}{f \cdot \sin 2\omega}$, als Abszisse die spezifische Schiebung: γ abgetragen wird ($\gamma = 4{,}6 \log (1 + \lambda)$. Vergleichende Zug-, Druck- und Torsionsversuche ergaben eine übereinstimmende Fließkurve. M. a. W. besagt dieses, daß die Verfestigung (bei genügend langsamer Reckung) eine von der Formänderungsart unabhängige Formänderungsfunktion ist.

Eine physikalische Begründung für dieses eigenartige Verhalten der plastischen Werkstoffe ist bisher noch nicht gefunden worden, da kein unmittelbarer Zusammenhang zwischen den banalen Gleitflächen und den kristallographischen Gleitebenen besteht, die für das physikalische Verhalten des Einzelkornes maßgebend sind. Diese banalen Gleitflächen stellen ja in Wirklichkeit ausgedehnte Fließzonen dar, in welchen das Material bleibend deformiert wird. Es handelt sich danach bei den hier abgeleiteten Gesetzmäßigkeiten um ein mittleres Verhalten einer großen Zahl einzelner Kriställchen, welches einen Mittelwert der inneren Reibung mit einer mittleren spezifischen Schiebung verbindet und über die Konstanten des Einzelkristalles keine Aussagen erlaubt[1].

Die Ludwikschen Ansätze zur Ableitung einer theoretischen Fließkurve werden daher nur bei Einzelkristallen unmittelbar verwendet werden können, wo die fiktiven Gleitebenen tatsächlich über den ganzen Querschnitt der Probe mit den kristallographischen Gleitebenen zusammenfallen. In diesem Sinne hat zuerst J. Czochralski Zugversuche mit Einzelkristallen ausgewertet.

Nach W. v. Moellendorff und J. Czochralski[1] tritt bei Überschreitung der E-Grenze zunächst eine Drehung der Kristallelemente als die absolute erste bleibende Deformationsart auf (Kehrlinien); sie ist vom Kristallsystem abhängig. Dieser Vorgang erzeugt kleine Formänderungen bei spezifisch starker Verfestigung. Bei der S-Grenze treten die Gleitlinien auf, die ebenfalls vom Kristallsystem abhängig sind und als Folge der Verschiebung der Kristallteile gegeneinander zustande kommen. Sie sind mit einer größeren Formänderung aber geringeren spezifischen Verfestigung verknüpft. Bei der Höchstlastgrenze stellen sich die „banalen" Fließlinien ein, die unabhängig von dem Kristallsystem und der Kristalltextur (Korngefüge) allein durch die Kraftrichtung, Probenform und Art des Werkstoffes bestimmt sind. Das weitere „Fließen" bis zum Bruch geschieht durch „fortgesetztes banales Drehen und Gleiten des banalisierten Gesamtgefüges".

Durch diese Analyse des Formänderungsvorganges nach Überschreitung der E-Grenze wurde erstmalig der grundsätzliche Unterschied zwischen den durch die kristallographische Natur des Materials vorgezeichneten „kristallographischen" Gleitebenen und den auch in einem völlig isotropen und nicht kristallinen Material allein unter der Einwirkung eines inhomogenen Spannungszustandes auftretenden „banalen" Gleitflächen klar hervorgehoben. Im einzelnen müssen nach den neueren Erkenntnissen über das plastische Verhalten der kristallinen (quasiisotropen) Materialien diese Vorstellungen verschiedentlich modifiziert werden, da eine selbständige Drehung der Kristallteile gegeneinander infolge ihres Zusammenhanges ohne gleichzeitige Verschiebung und Verzerrung wenig wahrscheinlich ist. Dadurch würde auch die Unterscheidung zwischen „Kehr-" und „Gleitlinien" fortfallen.

Der grundlegende Unterschied zwischen „banalen" und „kristallographischen" Gleitflächen verwischt sich bei kristallinem Material dadurch, daß die Möglichkeiten der Verschiebungen hier durch die kristallographische Natur und Orientierung der Kristalle bereits implizite vorgegeben sind, und daß der inhomogene Spannungszustand sich unter diesen vorgezeichneten Bewegungsbahnen die günstigsten aussucht. Die „banale" Gleitfläche erscheint so als die Summe der in den einzelnen Kriställchen stattfindenden Verschiebungen und ihrer gegenseitigen Lagenänderungen. Infolgedessen ist das Auftreten solcher „banalen" Gleitflächen im Verlauf des Zugversuchs nicht erst nach Überschreitung der Höchstlastgrenze, sondern schon nach Erreichung der E- bzw. S-Grenze zu erwarten.[2]

W. v. Moellendorff und Czochralski (S. 1019) führen die Eigenschaft, daß manche Metalle, besonders Eisen, bei der S-Grenze einen scharfen Knick bzw. Absinken der Last im Zugdiagramm aufweisen, auf einen

[1] Anm. w. d. Korr. In einer kürzlich erschienenen Arbeit hat G. Sachs unter Annahme einer konstanten wirksamen Schubspannung beim Einzelkristall eine Fließbedingung abgeleitet, die die Abhängigkeit der größten Schubspannung im Kristallhaufenwerk von der mittleren Hauptspannung in Übereinstimmung mit den Versuchsergebnissen erfaßt. Ein Vergleich von Zugbeanspruchung und Verdrehungsbeanspruchung bei konstanter wirksamer Schubspannung in den Kristallgleitflächen kubisch-flächenzentrierter Kristalle ergibt für Verdrehung eine um 15,5% höhere größte Schubspannung als für Zug oder Druck. G. Sachs, Z. V. d. I. Bd. 72, Nr. 22. 1928. S. 734.

[1] Z. V. d. I. 1913. I, S. 1017 ff.

[2] Ähnliche Überlegungen vgl. Nadai, l. c.

Digitized by Google

Zusammenbruch des als steifes Gerippe angenommenen perlitischen bzw. zementitischen Netzwerkes zurück, welcher die eingekapselten weicheren Ferritkörner der Formänderung preisgibt[1]. Versuche von P. Ludwik[2] und R. Scheu bestätigten zunächst diese Annahme, indem sie feststellten, daß knickfreies Eisen (also ohne ausgeprägte *S*-Grenze) entweder fast gar keine oder nur ganz dünne oder aber vielfach unterteilte Zementitadern enthielt, während Eisen mit starken Lastabfällen an der *S*-Grenze stärkere und auch zusammenhängende Zementitadern zeigte. Im gereckten Metall war dieser Zementit an vielen Stellen gebrochen und zerrissen.

Andererseits weist aber ausgeglühtes und gealtertes Elektrolyteisen, das weder Perlit noch Zementit enthält, auch Knick und Abfall bei der *S*-Grenze auf. Ludwik führt dieses eigenartige Verhalten des Eisens auf Umwandlungen (bzw. Löslichkeitsänderungen) zurück[3]. Ebenso konnte auch bei technisch (nicht chemisch) reinem Nickel durch entsprechende mechanische und thermische Behandlung ein deutlicher Knick hervorgerufen bzw. beseitigt werden.[3]

Auch Lorenz[4] nimmt die elastische Deformation als eine Wechselwirkung zwischen innerer Reibung und äußerer Kraft an. Die Umlagerung der Teilchen besteht aus einer Verschiebung und Drehung aus der Ruhelage. Die Verschiebung der Teilchen wird als rein elastisch von so geringem Betrage angenommen, daß sie gegen die Verlängerung durch Hineindrehung der als länglich angesehenen Teilchen in die Kraftrichtung praktisch verschwindet. Der auf das Teilchen entfallende Kraftanteil hat sowohl einen Reibungswiderstand (*R*) wie eine elastische Richtkraft zu überwinden, um das Teilchen in die Kraftrichtung einzustellen.

Unter Annahme einer gleichmäßigen Verteilung der Größe der Reibungskräfte auf die Teilchen, wobei der Höchstwert *R* ist, ergibt sich für den Zusammenhang zwischen Dehnung in Richtung der Stabachse und der augenblicklichen Spannung (*S*) beim Zugversuch die Formel

1. $\varepsilon = \varepsilon_b\left(1 - \sqrt{1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_b}\right)^2}\right)$ für $\sigma \leq 2\sigma_e$,

2. $\varepsilon = \varepsilon_b\left(\sqrt{1 - \left(\frac{\sigma - 2\sigma_e}{\sigma_b}\right)^2} - \sqrt{1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_b}\right)^2}\right)$ für $\sigma \geq 2\sigma_e$.

Alle Spannungen sind auf den ursprünglichen Querschnitt bezogen. Hierbei ist σ_b die Bruchspannung bezogen auf den ursprünglichen Querschnitt, σ_e die Spannung an der *E*-Grenze und ε_b die Bruchdehnung. Die Spannungs-Dehnungskurve wäre demnach im Gebiete $\sigma \leq 2\sigma_e$ eine Ellipse mit dem einen Scheitel im Nullpunkt. Für $\sigma \geq 2\sigma_e$ entsteht eine lemniskatenähnliche Kurve, deren Doppelpunkt auf der Spannungsachse im Abstande $\sigma = \sigma_e$ liegt, und welche die Ellipse im Punkte $\sigma = 2\sigma_e$ berührt. Von hieraus steigt die Spannung noch etwas bis zu einem Maximalwert $\sigma = \sigma_b$ an, wo sie eine horizontale Tangente parallel zur Dehnungsachse besitzt. Für $\sigma < 2\sigma_e$ sind noch nicht alle Teilchen in Drehung versetzt worden, für $\sigma = 2\sigma_e$ fließt das ganze Gebiet.

Eine große Rolle hierbei spielt die maximale Reibungsziffer *R*, die bei Lorenz im engsten Zusammenhang mit der Ausbildung des Bruches steht. $R_m = 0$ entspricht einer reibungslosen Flüssigkeit, $R_m = 1$ etwa einem weichen Metall, $R_m = 2$ einem absolut spröden Körper.

Trotzdem die Lorenzsche Theorie einige Übereinstimmung mit der Erfahrung zeigt, erscheinen ihre physikalischen Voraussetzungen widerspruchsvoll, da der Gesamtbetrag der Dehnung (besonders im Fließkegelgebiet) aus der Drehung der Teilchen in die Kraftrichtung allein nicht abgeleitet werden kann. Man müßte dieselben sonst von vornherein als sehr längliche Gebilde ansehen. Dieses ist aber bei den meisten Metallen sicher nicht der Fall, vielmehr nehmen die Kristalle bzw. Kristallteile die beobachtete längliche Form erst im Verlaufe der Kaltreckung an. Auch der Betrag der Gleitungen überschreitet im Gegensatz zur Annahme von Lorenz weitaus das elastische Maß. Man könnte gegen diese Theorie auch noch einwenden, daß wie bei Ludwik der Begriff der „maximalen" inneren Reibung wegen ihres vektoriellen Charakters in kristallinen Medien nicht physikalisch klargestellt ist. Auch die große Bedeutung, die Lorenz der *E*-Grenze beilegt, erscheint bedenklich, da es in kristallinischen Haufwerken eine bestimmte *E*-Grenze prinzipiell nicht gibt.

Nach Stead[1] verläuft die effektive Spannung als Funktion des Durchmessers nach der empirischen Formel:

$$s = a - b\,d - e^{c\,d - f},$$

worin s die effektive Spannung, d der jeweilige Stabdurchmesser und a, b, c Konstanten sind. Diese Formel stellt eine Kurve dar, die zwischen Streckgrenze und Höchstlastpunkt a (*II*) angenähert als Exponentialkurve gemäß dem Glied $e^{c\,d - f}$ angesehen werden kann. Das Glied $a - bd$ stellt eine Gerade zwischen Höchstlastpunkt und Zerreißpunkt dar, die die Tangente an die Exponentialkurve im Punkte *II* ist (vgl. Abschn. III). Der ursprüngliche Durchmesser wird $= 1$ gesetzt. Unter Vernachlässigung der rein elastischen Abnahme des Durchmessers schneidet die Kurve die Spannungsachse in einer Stelle, die der *E*-Grenze entspricht. Es ist also:

$$s_I = a - b - e^{c - f}.$$

Setzt man ferner die Durchmesserabnahme $\frac{d_0 - d}{d_0}$ oder $1 - d = y$ für $d_0 = 1$, dann lautet die Gleichung:

$$s = s_I + b\,y + e^{c - f}(1 - e^{-c\,y}),$$

die nur noch drei Konstanten enthält. Stead findet für eine große Reihe von Stählen eine sehr gute Über-

[1] Vgl. auch Anm. 3, S. 15.

[2] Z. Metallkunde Bd. 16, S. 207. 1924 und Werkstoffausschuß Ber. Nr. 70, 1925. Vgl. Anm. 3, S. 77.

[3] Anm. w. d. Korr. Über die physikalische Bedeutung der natürlichen Streckgrenze, speziell bei Siliziumbaustahl, vgl. auch neuerdings W. Kuntze und G. Sachs, Z. V. D. I. Nr. 29. 1928. S. 1011 ff.

[4] H. Lorenz: Die Fließkurven fester Körper, Z. techn. Phys. 1921, S. 271.

[1] John Stead: The cold-working of steel with reference to the tensile test. J. Iron Steel Inst. Bd. 107, Nr. 1, S. 377 ff. 1923.

Digitized by Google

einstimmung seiner Formel mit der Beobachtung, wenn die Konstanten passend eingesetzt werden.

In der Abb. 16 (S. 85) sind u. a. die Werte für einen Stab (3 *A*) mit der Kurve

$$s = 266\,810 - 184\,854\,d - \exp.(58{,}1838\,d - 47{,}3872)$$

im Gebiete: $d = d_0$ bis $d = 0{,}68\ d_0$ eingezeichnet, aus der die Übereinstimmung über die ganze Meßlänge ersichtlich ist. Bei anderen Stählen zeigen die Steadschen Kurven etwa in der Mitte zwischen Bruch und Höchstlast eine deutliche Abbiegung von der Geraden nach oben. Die weiteren Punkte liegen nach der Ansicht von Stead ebenfalls auf einer Geraden $s = a' - b' \cdot d$, wo die Konstanten denen der anderen Geraden sehr angenähert sind. (Vgl. Abb. 17.)

Eine nähere physikalische Begründung seiner Formel ist von Stead nicht gegeben worden, bei der Verformung soll ein Wahrscheinlichkeitsgesetz maßgebend sein. Den Zerfall der Formel in zwei Glieder deutet er dahin, daß im Gebiete *I—II* (Exponentialglied) die Verformung durch Gleitung der Kristalle längs Gleitflächen (internal slip) stattfindet, während im Gebiete *II—III* (lineares Glied) ein Gleiten der Kristalle längs der Kristallgrenzen (external slip) eintritt. Beide Fälle sollen nach Stead nicht scharf getrennt, sondern zum Teil gleichzeitig auftreten. Das Verhältnis, in dem diese beiden Arten der Gleitung entstehen, hängt im wesentlichen von der Kristallgröße und damit von der Vorbehandlung der Probe ab.

Eine allgemeine Theorie des plastischen Zustandes hat, fußend auf den grundlegenden Arbeiten von v. Mises[1], Huber[2] und den wichtigen Untersuchungen von Haar und Karman[3], Haigh[4], Prandtl[5] u. a., in neuerer Zeit H. Hencky aufgestellt[6]. Unter Annahme isothermer Zustandsänderungen, wie sie bei sehr langsamen Bewegungen im (quasi) isotropen Material in gewisser Annäherung verwirklicht sind, zeigt Hencky, daß in solchen Fällen stationäre Gleichgewichtszustände im plastischen Material existieren können, wenn dasselbe zugleich als quasiisotrop elastischer Körper und als eine inkompressible, zähe Flüssigkeit aufgefaßt wird. Über den „statischen" (elastischen) Spannungstensor überlagert sich somit ein „dynamischer" Reibungstensor, der durch die Bewegung entsteht. Dabei kann elastische Energie in den Volumenelementen nur bis zu einem gewissen Grade aufgespeichert werden, so daß die elastischen Spannungen

$$(\sigma'_x,\ \sigma'_y,\ \sigma'_z,\ \tau'_{xy},\ \tau'_{yz},\ \tau'_{zx})$$

bzw. Deformationen der Plastizitätsbedingung:

$$A_y = \frac{1}{2G}\left\{\frac{1}{6}[(\sigma'_x - \sigma'_y)^2 + (\sigma'_y - \sigma'_z)^2 + (\sigma'_z - \sigma'_x)^2] + (\tau'_{xy})^2 + (\tau'_{yz})^2 + (\tau'_{zx})^2\right\} = \frac{2}{3}\frac{k^2}{G}$$

genügen müssen. Dabei ist G der Schubmodul und $2k$ die Grenz-, Zug- oder Druckspannung beim einachsigen Spannungszustand. Die Reibungskraft unterliegt dagegen einer solchen Bedingung nicht.

Für den Fall ebener Verzerrungen von inkompressiblen Material ist die von v. Mises-Hencky angenommene Plastizitätsbedingung identisch mit der Hypothese der maximalen Schubspannungen von St. Venant und Guest-Mohr[1,2].

III. Spannungen und Verformungen im Bereich *II* bis *III* (Höchstlast-Bruch).

1. Allgemeines über die Spannungs-Verformungskurve im Gebiete *II—III*.

In dem Diagramm, welches für einen homogenen quasiisotropen Probestab die Beziehung zwischen effektiver Spannung s und Querschnittsverminderung q an der engsten Stelle darstellt, tritt nach Überschreitung der Höchstlast (*II*) ein weiteres Ansteigen der Spannungen mit wachsenden Querschnittsverminderungen ein, welches in erster Linie durch die geometrische Form der Einschnürung (Fließkegel) und in zweiter Linie durch die wahre Erhöhung der inneren Reibung im Material (Kristallverfestigung) zustande kommt. Die geometrisch bedingte Verfestigung ist nur eine scheinbare, während die Kristallverfestigung eine wahre Verfestigung darstellt (v. Moellendorff 1923 und Siebel 1925).[3]

---

[1] R. v. Mises: Mechanik der festen Körper im plastisch deformablen Zustand. Nachr. d. Kgl. Ges. d. Wiss. Götting. Math.-Phys. Kl. (1913). S. 582/592.

[2] A. T. Huber: Czasopismo technize, Lemberg 1904.

[3] Haar u. Karman: Götting. Nachr. 1909.

[4] Haigh: Internat. Congr. v. Techn. Mech. 1924.

[5] L. Prandtl: Zeitschr. angew. Math. Mech. Bd. 3, S. 401, 1923.

[6] H. Hencky: Zur Theorie plastischer Deformationen z. ang. Math. Mech. Bd. 4. (1924). S. 323. Über das Wesen der plastischen Verformung, Z. V. D. I. Bd. 69. (1925), S. 695. Über langsame stationäre Strömungen in plastischen Massen mit Rücksicht auf die Vorgänge beim Walzen, Pressen und Ziehen von Metallen. Z. ang. Math. Mech. Bd. 5, S. 115. 1925. Hier auch weitere Literaturangaben über die diesbezüglichen Arbeiten.

[1] Die Plastizitätsbedingung in Form der konstanten Gestaltsenergieformel (s. oben) ergibt nach eingehenden Versuchen von E. Lode an Eisenrohren die beste Übereinstimmung mit dem Experiment. Es sei in diesem Zusammenhang erwähnt, daß die wiederholten Lastabfälle, welche bei weichem Flußeisen an der Streckgrenze beobachtet werden (s. oben), nach Lode und Nadai evtl. in einem Wechsel der Plastizitätsbedingung begründet sein könnten insofern, als erst die Schubspannungshypothese, dann die Gestaltsänderungsenergieformel mehr zutrifft. F. Schleicher (Z. ang. Math. Mech. 1926) hat diese Theorie noch dahin erweitert, daß die Gestaltsänderungsenergie zum mindesten bei spröden Materialien noch eine Funktion des mittleren Druckes ist. Weitere Literaturangaben s. a. Nadai l. c.

[2] Anm. w. d. Korr. In letzter Zeit sind weitere wichtige Beiträge zu diesem Problem durch W. Jenne, Räumliche Spannungsverteilungen in festen Körpern bei plastischer Deformation, Diss. Berlin (1928) geliefert worden.

Die Ausdehnung der mechanischen Theorie der plastischen Formänderungen auf anisotrope Kristalle ist neuerdings von R. v. Mises in einer grundlegenden Arbeit: Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen, Z. ang. Math. Mech. Bd. 8 (1928), S. 161/185 unternommen worden. Vgl. auch G. Sachs l. c. (Anm. 1. S. 20.)

[3] Nach P. Ludwik (Z. V. d. I. 70. Bd. S. 379, 1926; Bd. 71, S. 1532, 1927) läßt sich der Einfluß der „Gestaltsverfestigung" durch Einkerbung der Zugproben und damit verbundene Dehnungshinderung bis zu einem gewissen Grade beseitigen. Eingehende neuere Versuche über die „Trennfestigkeit" und ihre Beziehungen zu den üblichen Kennziffern des Zugversuchs vgl. W. Kuntze, Arch. f. d. Eisenhütten. 2. Jahrg. Nr. 2, S. 109. Werkstoffaussch. d. Ver. deutsch. Eisenhüttenl. Nr. 129, 1928.

Digitized by Google

2. Höchstlastbedingung.

Die Erreichung der Höchstlast P_{max} ist bekanntlich durch die Bedingung $dP = 0$[1] (F. Körber) festgelegt. Da nun $P = s \cdot f$ ist, wird:

$$dP = \frac{\partial P}{\partial s} ds + \frac{\partial P}{\partial f} df = f \cdot ds + s \cdot df = 0;$$

mithin gilt für die Kurve Effektivspannung—Querschnittsverminderung die Bedingung, daß in dem der Höchstlast entsprechenden Punkt $\left[\frac{ds}{df}\right]_{\substack{s=s_{II}\\f=f_{II}}} = \left[\frac{-s}{f}\right]_{\substack{s=s_{II}\\f=f_{II}}}$ wird, mit anderen Worten, daß die Tangente im Höchstlastpunkt die Richtung: $\operatorname{tg}\alpha = \frac{-s_{II}}{f_{II}}$ hat. Bezeichnet man die Spannung beim Querschnitt $f = 0$ mit s_{IV}, so schneidet die Tangente im Höchstlastpunkt die Ordinate $f = 0$ im Punkt IV s. a. Abb. 1 so, daß

$$\frac{s_{IV} - s_{II}}{f_{IV} - f_{II}} = \operatorname{tg}\alpha = \frac{-s_{II}}{f_{II}} \quad \text{oder} \quad s_{IV} = 2 s_{II}$$

ist. Zu dieser Bedingung gelangten W. v. Moellendorff und Czochralski auf anderem Wege. Sie fanden aus zahlreichen Versuchen, daß die s—q-Kurve zwischen II und III bei mäßiger Reckgeschwindigkeit innerhalb der Versuchsgenauigkeit nahezu geradlinig verläuft und nur bei hoher Geschwindigkeit in der Nähe des Punktes III nach oben abbiegt[2]. Die gerade Linie bedingt das Spannungsgesetz: $\frac{s - s_{II}}{s_{II}} = \frac{f_{II} - f}{f_{II}}$. Hieraus folgt, daß für $f = 0$: $\frac{s_{IV} - s_{II}}{s_{II}} = 1$ oder $s_{IV} = 2 s_{II}$ ist. Die Übereinstimmung ist eine natürliche Folge des Zusammenfallens der Tangente im Höchstlastpunkt an die s—q-Kurve mit der Näherungsgeraden[3].

Während die obige Bedingung: $\frac{s - s_{II}}{s_{II}} = \frac{f_{II} - f}{f_{II}}$ bei beliebiger Gestalt der s—q-Kurve nur in der Nähe des Punktes II gilt, trifft sie nach dem Befund von W. v. Moellendorff längs einem großen Stück der Kurve oberhalb II zu.

Inwieweit die Erreichung der Höchstlast mit dem Beginn der Einschnürung und der Erschöpfung der gleichmäßigen Dehnung zusammenfällt, hängt von ganz bestimmten Voraussetzungen ab. Es muß:

1. das Material absolut homogen sein, so daß tatsächlich für alle Querschnitte die gleiche s—q-Kurve besteht,

2. muß die Maschinengeschwindigkeit bei einer durchweg gleichmäßigen Dehnung des Stabes stets eine gleichbleibende spezifische Deformationsgeschwindigkeit aller Stabteile erzeugen[1].

Wenn auch diese Voraussetzungen in vielen Fällen in der Praxis zutreffen mögen, so beobachtet man doch in der Regel, daß die örtlichen Einschnürungen oft vor Erreichung der Höchstlast eintreten, und daß die gleichmäßige Dehnung auch nach dem Punkte II nicht plötzlich aufhört, sondern allmählich abklingt. Grundsätzlich sind die örtliche Einschnürung und die gleichmäßige Dehnung nicht voneinander verschieden, sondern nach dem in den Ausführungen in Kapitel über Fließbereiche Gesagten muß man sich auch das „gleichmäßige" Fließen als reine ruckweise Folge von Fließbereichen längs banaler Gleitflächen, also als eine sukzessive Folge von örtlichen Einschnürungen vorstellen. Bei genügend kleiner Größe dieser Fließbereiche erscheint der ruckweise Vorgang kontinuierlich. Solange noch nicht alle Teile des Stabes bleibend verformt sind, müssen sich die kleinen örtlichen Einschnürungen wieder ausglätten, da die benachbarten noch unverformten Kristallpartien weniger fest sind als die bereits verformten. Erst wenn alle Kristalle bleibend verformt sind, kann eine einmal gebildete Einschnürung sich weiter vertiefen. Das Auftreten einer einzigen bleibenden örtlichen Einschnürung ist daran geknüpft, daß in dem am meisten beanspruchten Stabteil (Mitte) zufällig nur eine Homogenitätsstelle vorhanden ist. Sonst bilden sich mehrfache Einschnürungen aus, wobei der erste Augenblick entscheidend ist.

Das Bestehen einer gleichmäßigen Dehnung neben der örtlichen Dehnung ist wohl auf den Einfluß der Stabköpfe zurückzuführen, durch welche der Probestab einen vom Kopf nach der Mitte zu sich verjüngenden Querschnitt annimmt.

Die Einschnürung beeinflußt auch die entfernteren Stabteile bis zu den Köpfen hin, da infolge des Materialzusammenhanges die Kontraktion allmählich abklingt und wegen der Volumenkonstanz notwendigerweise eine entsprechende Dehnung dieser Stabteile entsteht. Da (s. später) die Querschnittsverminderung in den von der Einschnürung etwa um 2 bis 3 d entfernten Teilen nur gering ist, so ist wegen der Volumenkonstanz auch die Zunahme der Dehnung der betroffenen Stabteile sehr klein und annähernd gleichförmig. Aus diesen Ausführungen ist zu folgern, daß ein Höchstlastpunkt, mathematisch aufgefaßt, nicht existiert, sondern daß nach Maßgabe der noch eintretenden „gleichmäßigen" Nachdehnungen nur ein „Höchstlastgebiet" besteht, wie es auch die Erfahrung bestätigt.

---

[1] Implizite ist diese Bedingung bereits in der Arbeit von v. Moellendorff und Czochralski 1913 enthalten. Ludwik als erster hat die Überschreitung der Höchstlast mathematisch durch die Bedingung $\frac{dP}{df} = s + f \frac{ds}{df} = 0$ festgelegt.

[2] Diesen Befund haben Hauser (1913) und F. Koerber durch systematische Versuche (1922) bestätigt.
(F. Körber, Verfestigung und Zugfestigkeit. Ein Beitrag zur Mechanik d. Zerreißversuchs. Mitt. K. W. I. f. Eisenforschung, Bd. 3, (1922), St. Eisen, Bd. 42, (1922 I), S. 365/70.

[3] Denkt man sich die beiden Punkte P_{II} und P unendlich nahe zusammenfallend, so wird: $\frac{s - s_{II}}{f - f_{II}} = \operatorname{tg}\alpha = \frac{1 - s_{II}}{f_{II}}$. Das bedeutet die Gültigkeit der Höchstlastbedingung im Punkte II (s. oben).

[1] P. Ludwik hat den Einfluß der Deformationsgeschwindigkeit bereits 1909 erörtert. Siehe auch Ludwik und Scheu: Stahleisen 1923, S. 999/1001. Besonders eingehend hat sich W. Kuntze mit diesem Problem experimentell befaßt. Vgl. z. B. W. Kuntze, Einfluß verschiedener Belastungsgeschwindigkeiten auf Festigkeit und Formänderung von Flußeisen. Mitt. Staatl. Mat. Prüf. Amt (1924 III/IV) S. 33; ders. Verfrühte Einschnürungen, ebda. S. 25; ders. Spannungsverteilung im Fließkegel, ebda. S. 1 und 1925 III/IV. S. 30. Vgl. auch W. Kuntze u. G. Sachs l. c.

Digitized by Google

3. Über empirische Formeln für den Verlauf der s—q-Kurve im Gebiet *II*—*III* (—*IV*).

Der Verlauf der $s-q$-Kurve ist zuerst von P. Ludwik[1] rein qualitativ beschrieben worden, wobei er bemerkt, daß nach Erreichung der maximalen Belastung die effektive Zugspannung fast um das Doppelte wächst. W. v. Moellendorff hat zuerst den annähernd geradlinigen Verlauf der $s-q$-Kurve vom Punkte *II* an (bei genügend langsamen Reckgeraden) empirisch erschlossen[2] (Z. V. D. I.) und die Bedingung: $s_{IV} = 2\,s_{II}$ festgestellt, der auch die Ludwikschen Beobachtungen gerecht werden (vgl. Abb. 16). F. Koerber findet die Ergebnisse von v. Moellendorff bestätigt und leitet sie aus der Höchstlastbedingung mathematisch ab. Zusätzlich findet Koerber, daß der Punkt beginnender Einschnürung häufig mit dem Beginn geradlinigen Verlaufes zusammenfällt.

Schon v. Moellendorff und Czochralski erkannten die Abweichungen der $s-q$-Kurve von der Geraden im Gebiete nahe *III* und führten sie auf den Einfluß der Reckgeschwindigkeit zurück, durch welche die Viskosität des Stoffes beeinflußt wird. Die Kurve sollte in diesem Gebiet annähernd nach logarithmischem Gesetz verlaufen[3].

Auch von F. Koerber (l. c.) wurde diese Abbiegung von der Geraden in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit weitgehend bestätigt. Trotzdem halten beide Autoren an der exakten Gültigkeit des geradlinigen Verlaufs der $s-q$-Kurve fest, falls man nur Gleichgewichtszustände, also praktisch unendlich langsame Belastungssteigerungen vorsieht. Dieser Annahme können wir uns nicht unbedingt anschließen, da durch lang dauernde Versuche mit Cu-Stäben[4], wobei die Einstellung des Gleichgewichts jeweils bis zu 20 bzw. 30 Minuten abgewartet wurde, keine größere Annäherung an die Gerade ergaben als die Versuche mit normaler Maschinengeschwindigkeit. Auf diesen Punkt wird S. 86 näher eingegangen.

Die Formel von Stead:

$$s = a - bd - e^{cd-f}$$

gibt den Spannungsverlauf im Gebiet zwischen *II* und *III* als gerade Linie an, entsprechend dem Glied: $(a-bd)$. Bei größeren Querschnittsverminderungen hat Stead auch das Abweichen nach *III* von der Geraden bemerkt. Er nähert diese einer neuen Geraden an, die unter einem anderen Winkel verläuft, was durch ein neues Glied: $(a'-b'd)$ dargestellt wird.

Stead trägt die Spannungen in Abhängigkeit vom Durchmesser (nicht vom Querschnitt) auf (vgl. Abb. 16). Dadurch erreicht er, daß die Abweichung nahe *III* nicht so stark auftritt wie bei v. Moellendorff, muß aber den Nachteil mit in Kauf nehmen, daß *II* nicht auf der Geraden liegt, sondern noch in dem gekrümmten Gebiet (e^{cd-f}).

[1] P. Ludwik (Elemente der technologischen Mechanik 1909. S. 19, Anmerk. 15).

[2] W. v. Moellendorff: Z. V. d. I. 1913. S. 1014.

[3] de Andrade: Phys. Inst. 1910, S. 709.

[4] Diese Versuche wurden gemeinsam mit Herrn Kuntze im Staatl. Mat. Prüfungsamt ausgeführt.

Eine andere Funktion für die $s-q$-Kurve ist von E. Siebel[1] vorgeschlagen worden gemäß der Formel:

$$s = s_{II} + \beta \ln \frac{f_{II}}{f}.$$

Hierbei wird als Maß der Kaltreckung das verdrängte Volumen pro Volumeneinheit genommen. Die Spannung s verläuft als Funktion von $\ln \frac{f_{II}}{f} = \ln \frac{1}{1-q}$ zwar im Gebiete nahe *III* geradlinig, aber nicht mehr im Gebiete nahe *II*, so daß die Höchstlastbedingung wie auch bei Stead in keinem einfachen Zusammenhang mit der geometrischen Form der $s-q$-Kurve steht (vgl. Abb. 16).

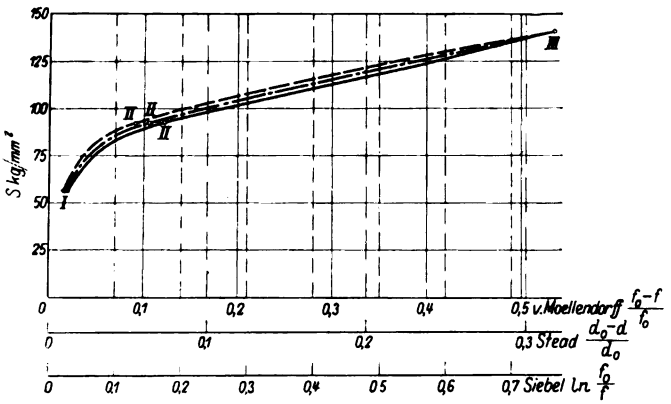


Abb. 16. Vergleich der Kurven: Effektivspannung — Querschnittsverminderung (bzw. Durchmesserabnehmer) im ganzen Bereich *I* bis *III* nach den empirischen Formeln von W. v. Moellendorff (———), Stead (- - - -), Siebel (– – – –).

Der Vergleich der verschiedenen funktionalen Zusammenhänge zwischen Spannung und Verformung beim Zugversuch ergibt, daß die formulierten Gesetzmäßigkeiten wohl nur den Charakter von Näherungen haben, da sie jeweils nur einen beschränkten Teil der Verfestigungskurve innerhalb der Fehlergrenzen genau wiedergeben.

Am besten übersieht man den Verlauf der Näherungskurven, wenn man die Formeln nach Potenzen von $q = 1 - \frac{f}{f_{II}}$ entwickelt. Die Reihen konvergieren unbedingt für $0 < q < 1$, also für alle reellen q-Werte.

v. Moellendorff:

$$s = 2s_{II} - s_{II}(1-q) = s_{II}(1+q).$$

Siebel:

$$s = s_{II} + \beta \ln \frac{f_{II}}{f} = s_{II} + \beta\left(q + \frac{q^2}{2} + \frac{q^3}{3} + \frac{q^4}{4} + \ldots\right)$$

also wenn wir $\beta = s_{II}$ annehmen:

$$s = s_{II}\left(1 + \ln \frac{f_{II}}{f}\right) = s_{II}\left(1 + \ln \frac{1}{1-q}\right)$$
$$= s_{II}(1+q) + s_{II}\left(\frac{q^2}{2} + \frac{q^3}{3} + \ldots\right).$$

Stead:

$$s = a - b\sqrt{\frac{f}{f_{II}}} = s_{II}(1+q) + s_{II}\left(\frac{q^2}{4} + \frac{q^3}{8} + \frac{5}{64}q^4 + \ldots\right)$$

oder

$$s = 3s_{II} - 2s_{II}\sqrt{1-q}$$

bei Annahme von

$$a = 3s_{II}; \quad b = 2s_{II}.$$

[1] E. Siebel: Über die Kaltverformung kristallin bildsamer Körper, Z. Phys. (1923), S. 20. Bd. 8.

Digitized by Google

Die v. Moellendorffsche Formel stellt somit das Näherungsglied 1. Ordnung dar, die Steadsche Kurve weicht etwas weniger wie die von Siebel mit wachsender Querschnittsverminderung von der Geraden nach oben ab, wie es im Einklang mit der Beobachtung steht und auch aus der Abb. 17 klar zutage tritt.

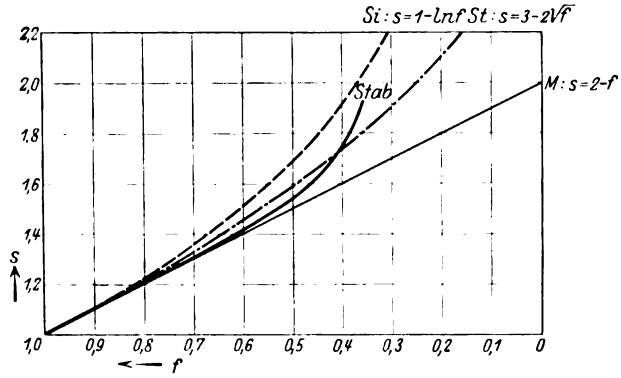


Abb. 17. Vergleich der Kurven der Spannungszunahme im Fließkegel (Bereich *II* bis *III*) nach den Formeln von W. v. Moellendorff (*M*), Stead (*St*) und Siebel (*Si*) mit der Messung (*Stab*). (f = effektiver Querschnitt, da f_{II} und $s_{II} = 1$ gesetzt sind.)

4. Diskussion der empirischen Spannungskurven vom Standpunkt der Heneckyschen Theorie.

Diese verschiedenen Interpretierungen der empirischen Spannungskurve im Gebiet *II—III* können überschlägig vom Standpunkt der Heneckyschen Theorie diskutiert werden. Der Geschwindigkeitseinfluß ist nach dieser Theorie vor allem für die beobachteten Abweichungen verantwortlich zu machen.

Der Einfluß der Versuchsgeschwindigkeit erscheint nach der Theorie von Hencky (s. o.) verständlich: Belastet man einen quasiisotropen, plastischen Probestab, der das von Hencky angenommene Verhalten aufweist, d. h. keine echte Verfestigung beim Zugversuch erleidet, mit einer konstanten Last: $P = s \cdot f_{II}$, so ist nach Hencky, wenigstens bei angenähert gleichförmiger Dehnung, die Spannung in allen Körperpunkten gleich und als Funktion der inneren Reibung ($\varkappa$) und der Deformationsgeschwindigkeit $\frac{\partial \dot{\omega}}{\partial z}$ in der Form:

$$s = 2k + 3\varkappa\left(\frac{\partial \dot{\omega}}{\partial z}\right)$$

gegeben ($2k$ = Konst.). Entsprechend der hieraus folgenden exponentiellen Abnahme des Stabdurchmessers mit der Zeit ist die effektive Spannung (s) mit der Querschnittsverminderung $\left(q = 1 - \frac{f}{f_{II}}\right)$ durch die Formel: $s = \frac{s_{II}}{1-q}$ verknüpft und verläuft wie in Abb. 18a. Es würde danach die effektive Spannung (s) bei konstanter Last (P) zuletzt unendlich groß werden, was nur dadurch kompensiert werden kann, daß die Deformationsgeschwindigkeit $\left(\frac{\partial \dot{\omega}}{\partial z}\right)$ ebenfalls unendlich wird, falls in jedem Augenblick ein stationäres Gleichgewicht bestehen soll. Die Kurve: $s = \frac{s_{II}}{(1-q)}$ hat als Tangente im Höchstlastpunkt die v. Moellendorffsche Gerade: $s = s_{II}(1+q)$ (vgl. Abb. 18a). Da sich nun bei der üblichen Ausführung des Zugversuches in keinem Augenblick der Stab so verhält, als wenn er völlig frei wäre, weil die Dehnungsgeschwindigkeit willkürlich gewählt wird, so kann es sich wenigstens bei stärkeren Querschnittsabnahmen nicht um wirkliche Gleichgewichtszustände handeln[1].

Andrerseits ergibt sich aus den Heneckyschen Formeln, daß die Last linear mit der Querschnittsabnahme abfallen muß, wenn der Stab frei mit konstanter Deformationsgeschwindigkeit im Höchstlastpunkt $\left(\frac{\partial \dot{\omega}_{II}}{\partial z}\right)$ gedehnt würde (vgl. Abb. 18b). Auch in der Maschine kann der beobachtete Lastabfall bei konstanter Dehnungsgeschwindigkeit in dieser Weise gedeutet werden. Die effektive Spannung sollte unter den gemachten Voraussetzungen konstant gleich der Höchstlastspannung

$$\left(s_{II} = 2k + 3\varkappa\frac{\partial \dot{\omega}_{II}}{\partial z}\right)$$

sein, und somit von der Querschnittsverminderung (q) überhaupt nicht abhängen (vgl. Abb. 18a). Zwischen diesen beiden Grenzfällen sind nun je nach der Versuchsausführung und dem Verhältnis der Dehnungsgeschwindigkeit $\left(\frac{\partial \dot{\omega}_{II}}{\partial z}\right)$ zur inneren Reibung ($\varkappa$) alle Übergangsformen der s—q-Kurve denkbar. Daß trotzdem eine Konstanz der effektiven Spannungen bei zunehmender Querschnittsabnahme nicht beobachtet wird, kann wohl nur daran liegen, daß die Querschnittsabnahme nicht wie vorausgesetzt gleichmäßig über die ganze Stablänge erfolgt, sondern in Form der örtlichen Einschnürung auftritt. Sie ruft dadurch einen inhomogenen mehrachsigen Spannungszustand hervor, der mit wachsender Einschnürung eine ständige spezifische Erhöhung der Spannung erfordert, wenn der gleiche Dehnungseffekt erzielt werden soll. Es wird ja ständig ein Teil der geleisteten Arbeit verbraucht, um die örtliche Einschnürung zu erzeugen.

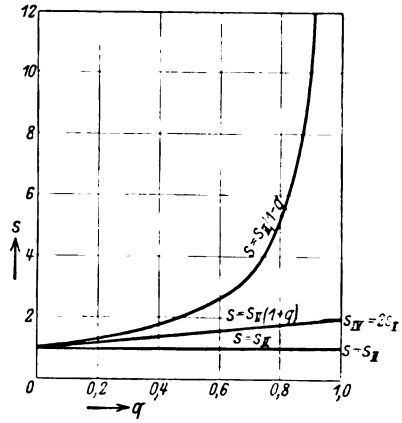


Abb. 18a. Einfluß der Deformationsgeschwindigkeit auf den Verlauf der Effektivspannung (s) als Funktion der Querschnittsverminderung (q).

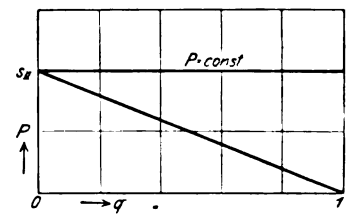


Abb. 18b. Theoretisches Spannungsdiagramm bei konstanter Deformationsgeschwindigkeit des Stabes.

Somit ist ersichtlich, daß der Spannungsanstieg im Fließkegel unter den gemachten Voraussetzungen im wesentlichen durch die geometrische Ausbildung der neuen Form bedingt ist. Wieweit dabei die echte Kristallverfestigung hinzutritt, soll hier nicht entschieden werden. Die v. Moellendorffsche Gerade würde danach als ein unterer Grenzzustand des durch

[1] Vgl. auch W. Tafel: Beitrag zur Frage der Verfestigung beim Zug- und Druckversuch. Ann. Physik (4) Bd. 78, S. 486. 1925.

Digitized by Google

die Geometrie des Fließkegels erzeugten Spannungszustandes deutbar sein. Die anderen Formeln stellen dann Zwischenzustände zwischen diesem und dem Fall der völlig freien Dehnung dar, die sich den gegebenen äußeren Verhältnissen angepaßt haben und daher keine so allgemeine Gültigkeit beanspruchen können.

Diese Erwägungen führen zu der Annahme, daß die auf Grund eines reichen experimentellen Materials von v. Moellendorff und Czochralski seinerzeit aufgefundene „Universalität" des Spannungsanstiegs im Fließkegel in erster Näherung durch einen in der Versuchsausführung des Zugversuchs begründeten „universellen" geometrischen Verformungsmechanismus ihre fundamentale Ursache hat, worauf zuerst W. v. Moellendorff (1923)[1] aufmerksam gemacht hat.

Im demnächst erscheinenden zweiten Teil der vorliegenden Arbeit soll diese Frage eine nähere theoretische Untersuchung erfahren.

5. Inhomogenität der Verformung im Gebiet *II—III*.

Das Gebiet *II—III* ist beim Zugversuch dadurch ausgezeichnet, daß die bis dahin über die ganze freie Stablänge als gleichförmig vorausgesetzte Querschnittsverminderung sich auf eine irgendwie dazu prädestinierte Stelle beschränkt und so zur Bildung der örtlichen Einschnürung (Fließkegel) führt. Berücksichtigt man den Einfluß der Einspannung (vgl. S. 11), so sollte man erwarten, daß diese örtliche Einschnürung bei einem völlig quasiisotropen und homogenen Material in der Stabmitte auftritt, da hier der Querschnitt am kleinsten ist und sich dem im Idealfalle vorhandenen am meisten nähert (s. S. 11)[2]. Tatsächlich verursachen oft die im Material stets vorhandenen Inhomogenitäten ein Abweichen von der Regel, unter Umständen können sogar mehrfache Einschnürungen auftreten (z. B. bei Zink). Die im Kap. II 3 a) gemachten Ausführungen über den Einfluß der Kristalltextur und Korngröße auf die plastische Verformung gelten hier in verstärktem Maße, wobei die Natur und Vorbehandlung des Werkstoffes eine maßgebende Rolle spielt.

a) Beobachtungen an Rundstäben.

Aus der Abb. 19 ist die allmähliche Ausbildung der örtlichen Einschnürung an einem gewalzten und ausgeglühten Rundstab von Aluminium (99,5%) zu erkennen[1]. Die beiden in genügendem Abstand von der Einspannung nahezu zylindrisch gedehnten Stabhälften gehen allmählich in konvexe Rotationskörper über, die in der Nähe der größten Einschnürung durch einen konkaven Teil verbunden sind. Der Krümmungsradius dieses Teiles nimmt mit wachsender Einschnürung mehr und mehr ab, bei manchen Materialien (Plastilina und Blei) werden dabei die Stabhälften zu scharfen Spitzen ausgezogen („Fließkegel"). In der Regel tritt aber, wie hier beim Al-Stab ein vorheriger Bruch auf.

Bei genauerer Betrachtung des Deformationsvorganges zeigen sich an den Stellen der engsten Einschnürung angenähert spiralförmige „banale" Fließzonen unter fast rechten Winkeln, längs welchen oft in der Nähe

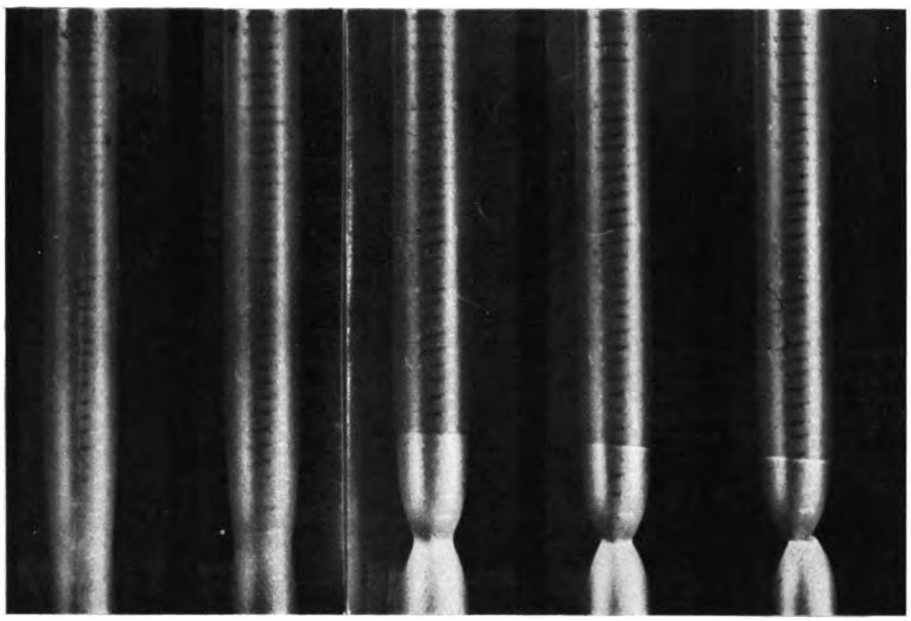


Abb. 19. Bildung des Fließkegels an einem Aluminium-Rundstab beim Zugversuch.

des Bruches feine Risse bemerkbar sind (s. Abb. 20). Auch bei Versuchen mit Plastilina kann dieser Vorgang beobachtet werden, wie die Abb. 21 zeigt, hier ergibt sich gleichzeitig eine beträchtliche Abhängigkeit der Bildung dieser Risse von der Deformationsgeschwindigkeit.

Diese Erscheinungen deuten darauf hin, daß auch bei der Bildung der örtlichen Einschnürung im Prinzip die gleichen inneren Durchbewegungen des Materials stattfinden, wie im Gebiet *I—II*, so daß auf die allgemeinen Verhältnisse der plastischen Verformung hier nicht weiter eingegangen zu werden braucht. Während bis zur Erreichung der Höchstlastgrenze noch deutlich zwischen bereits deformierten und noch nicht deformierten Stabbereichen unterschieden werden kann, macht sich im Gebiete des Fließkegels eine viel stärkere Durchbewegung des Materials geltend, so daß hier keine nur elastisch verformten Stabteile mehr existieren.

Mit W. v. Moellendorff kann angenommen werden, daß in einem idealen Stab bei Erreichung der Höchstlast die größtmöglichste Parallelorientierung der Kristallbereiche (Gleitpakete) eingetreten ist. Bei einem

[1] W. v. Moellendorff: Der Spannungsanstieg im Fließkegel weichgeglühter, vielkörniger, beim Zugversuch langsam kaltgereckter Metallzerreißstäbe. Mitt. Staatl. Mat. Prüf. Amt (1923 III/IV), S. 51.

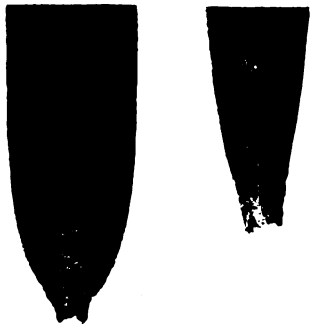
[2] Vgl. auch W. Tafel: Über das Fließen und die inneren Spannungen bei gedrückten und gezogenen Stäben. Stahleisen 1914, S. 480 u. 574.

[1] Die hellen Stellen im Bild sind durch störende Reflexe entstanden.

Digitized by Google

normalen Probematerial sollte sich eine im Punkte *II* evtl. noch nicht völlig erreichte Homöotropie noch nach der Höchstlast durch weitere gleichmäßige Dehnung (neben der örtlichen Dehnung) dem Idealzustand annähern. Vielleicht hängt dies mit der Tatsache zusammen, daß oft praktisch an Stelle eines Höchstlastpunktes ein endliches Höchstlastgebiet zu beobachten ist (vgl. S. 84). Diese Paralleltextur geht im Bereiche des Fließkegels wahrscheinlich in eine andere Deformationstextur über, bei der sich die Kristallbereiche nunmehr unter verschiedenen Winkeln zur Stabachse einstellen, wie sie bei gezogenen Drähten beobachtet wurde[1]. Eine nähere Untersuchung ist im Leipziger Mineralogischen Institut im Gange.

Abb. 20. Fließkegel eines Kupferstabes nach dem Bruch. (Schraubenförmige Bruchflächen und gesetzmäßige Rißzonen an der Bruchstelle.)



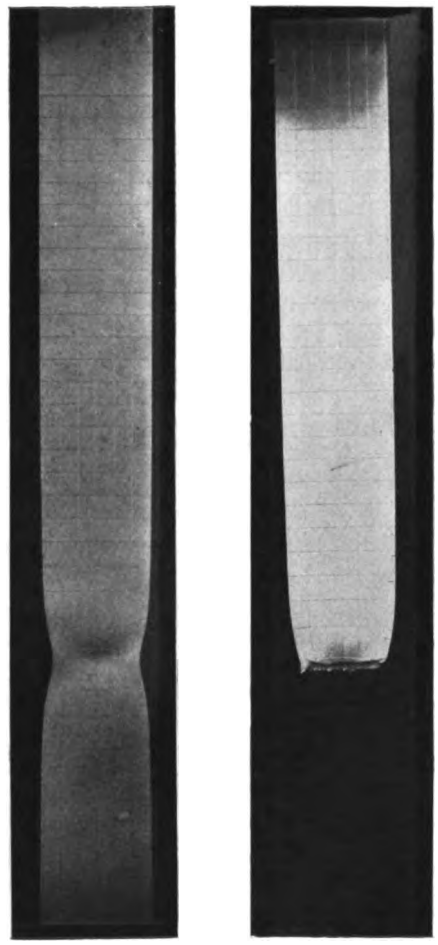
a b

Abb. 21. Einfluß der Deformationsgeschwindigkeit auf die Ausbildung des Fließkegels bei Plastilina. (Gesetzmäßige Rißbildung in der Nähe des kleinsten Querschnittes.)
a. Langsam zerrissen.
b. Schnell zerrissen.

b) Beobachtungen an Flachstäben.

Von der Inhomogenität des Verformungszustandes kann man sich bei der Betrachtung der verschiedenen Stadien des Zerreißversuches bei Flachstäben besonders schön überzeugen. In Abb. 22 ist die Ausbildung der Einschnürung bei dem schon in Kap. II 3 besprochenen Flachstab aus Flußeisen wiedergegeben. Man erkennt an dem eingeritzten Liniennetz, wie sehr die Einschnürung hier auf einen relativ kleinen Stabteil beschränkt bleibt, so daß sich der Deformationszustand in den angrenzenden Teilen nur sehr wenig ändert. Aus der Krümmung der Querlinien geht hervor, daß die äußeren Stabteile im Bereiche der örtlichen Einschnürung stärker gedehnt werden als die in der Nähe der Stabachse liegenden Teile. Die Dehnung in der Stabachse ist daher anscheinend ein relatives Minimum. Dadurch erklärt sich auch die Erscheinung, daß die beiden Hälften eines zerrissenen Flachstabes beim Zusammenlegen in der Mitte auseinanderklaffen[2].

Die Längsfasern des Flach- (und wohl auch Rund-) Stabes erfahren im Fließkegel eine von der Stabachse nach den Randpartien hin zunehmende Verkrümmung, wie die Abb. 22 zeigt. Daß diese Verkrümmungen nicht auf die Oberfläche beschränkt sind, läßt die Abb. 23 er-



a b

Abb. 22. Verschieden starke Dehnung der Außen- und Innenzonen eines Flachstabes.
a. Kurz vor dem Bruch. b. Nach dem Bruch.

kennen, die die Fryschen Kraftwirkungslinien bei einem längsgeschnittenen Stab zeigt. Auffällig ist bei Flachstäben das Verhalten des Materials in der Mitte der Einschnürung. Gemäß Abb. 22a bildet sich hier eine Art sattelförmige Vertiefung aus, an den Rändern dagegen zwei Wülste. Würde man die Stellen gleicher Dicke verbinden, so entstünde die in Abb. 24 gezeichnete kreuzförmige Kontur. Das Ganze macht den Eindruck, daß beim Flachstab die Fließkegelbildung prinzipiell in ähnlicher Weise stattfindet wie beim Rundstab, wobei aber in der Nähe der Kanten eine Versteifung eintritt, so daß dort die Einschnürung im Vergleich zu den mittleren Teilen zunächst zurücktritt (vgl. Abb. 25b, welche einen Flachstab von der Seite gesehen zeigt). In der Tat ähnelt der Fließkegel durchaus dem eines Rundstabes, wenn man von den beiden seitlichen Wülsten absieht.

[1] E. Schmid und G. Wassermann: Z. Physik Bd. 42, S. 779. 1927.

[2] A. Martens: Handbuch der Materialienkunde. Gleiche Beobachtungen hat Howard schon früher an Rundstäben gemacht (Iron Age 1890, S. 585). — P. Ludwik: Die Bedeutung des Gleit- und Reißwiderstands für die Werkstoffprüfung. Z. V. d. I. Bd. 71, Nr. 44, S. 1532. 1927. Vgl. bes. Fig. 4 d. Orig.

Digitized by Google

Um zu zeigen, daß im Gebiete der Einschnürung der Mantel weniger stark verformt wird als der Kern, wurde aus verschiedenfarbigem Plastilin ein Stab derart angefertigt, daß der Kern aus grauem, der Mantel aus blauem Plastilin bestand[1]. Der Stab wurde dann zerrissen, ein Längsschnitt durch die Achse gemacht, die Konturen ausgemessen und das Verhältnis des Kernquerschnittes an dem gesamten Querschnitt des Stabes in verschiedenen Entfernungen vom Bruch bestimmt und aufgetragen (s. Abb. 26). Es zeigte sich, daß von dem Beginn sichtbarer Einschnürung ab der Kern merklich zurückbleibt[2], um bei einem Punkte, der dem Wendepunkt der Konturkurve entspricht, wieder etwas anzusteigen.

Abb. 23. Krümmung der Längsfasern eines Rundstabes beim Zugversuch. (Nach Fryscher Ätzung eines Längsschnittes.)

Einen Gesamtüberblick über das inhomogene Verhalten eines quasiisotropen, feinkörnigen Materials beim Zugversuch liefert die Abb. 27 eines bis zum Bruch gereckten Flußeisenflachstabes (vgl. Abb. 25). In den Stabteilen außerhalb der örtlichen Einschnürung treten deutlich die in Kap. II beschriebenen verschiedenartigen Systeme von Fließzonen auf, wobei aber die hauptsächliche Verformung durchaus auf die äußeren Partien beschränkt zu sein scheint (vgl. besonders die Seitenansicht Abb. 25 b). Ferner sieht man, wie der Fließkegelbereich dadurch ausgezeichnet ist, daß die in den stehengebliebenen Teilen noch deutlich unterschiedlichen und makroskopischen Fließbereiche in der Einschnürung (insbesondere in den beiden Wülsten) äußerst fein unterteilt werden, so daß Gleitlinien nicht mehr mit bloßem Auge erkennbar sind. Ein ganz entsprechendes Verhalten ergab sich bei der Unterscheidung verschiedener Teile dieses Stabes mit Hilfe der Fryschen Ätzung (Abb. 28). Man sieht hier, wie die Fließbereiche je nach ihrem Einfallen auf die Schnittebenen unter verschiedenen Winkeln geneigt sind und wie sich in Übereinstimmung mit dem in Kap. II Gesagten wieder vier Systeme von Gleitflächen kennzeichnen. Auch hier ist in den mehr gleichmäßig gereckten Stabteilen die wesentlich stärkere Beanspruchung der Rand- gegenüber den Kernpartien zu erkennen, dagegen erscheint im engsten Querschnitt der Kern nicht weniger verformt wie die Außenzonen.

Abb. 24. Entstehen einer kreuzförmigen Kurve gleicher Materialdicke im Mittelteil der Einschnürung.

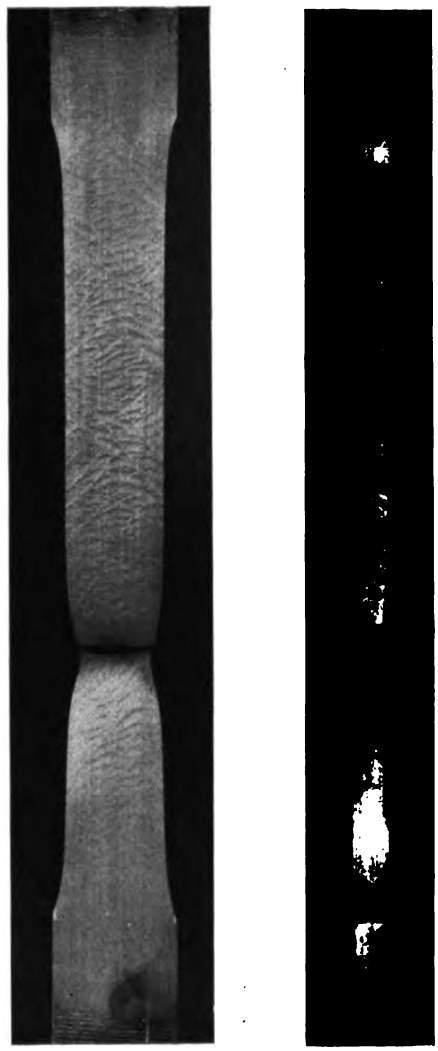


Abb. 25. Inhomogene Verformungszonen in einem bis zum Bruch gerecktem Flachstab aus Flußeisen.
a. Vorderansicht. b. Seitenansicht.

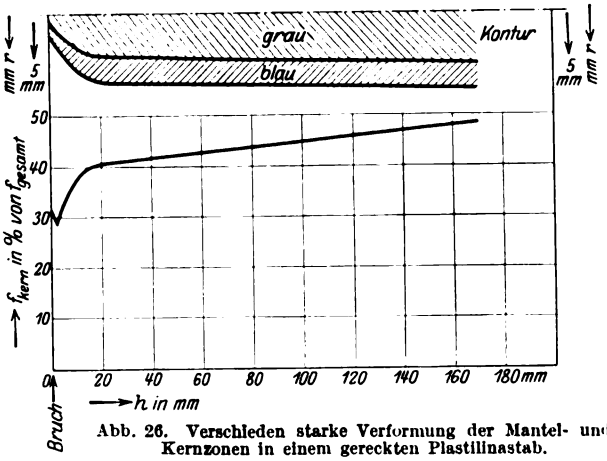


Abb. 26. Verschieden starke Verformung der Mantel- und Kernzonen in einem gereckten Plastilinstab.

6. Inhomogenität des Spannungszustandes im Gebiet *II—III*.

Entsprechend dem inhomogenen Deformationszustand im Bereich der örtlichen Einschnürung muß in jedem Stadium der Fließkegelbildung auch ein räumlich

[1] Der Stab wurde dadurch erhalten, daß man zwei Platten verschiedenfarbiges Plastilin übereinander in einen Preßzylinder legte und dann durch eine enge Düse (15 mm) preßte.

[2] Die Neigung der geraden Linie in dem Schaubild ist darauf zurückzuführen, daß die Begrenzungslinien der beiden Plastilinzylinder nicht genau parallel zur Achse verlaufen, da der innere Plastilinkörper nach der Art der Herstellung ein sehr langgestreckter Kegel ist.

Digitized by Google

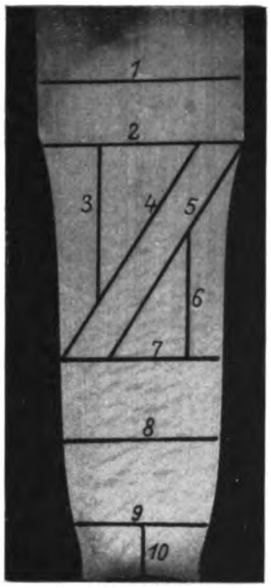


Abb. 27. Kennzeichnung der Schnitte der Abb. 28 und ihrer Lage im Probestab.

inhomogener Spannungszustand existieren. Ohne an dieser Stelle auf die wirkliche Spannungsverteilung im einzelnen einzugehen (vgl. den II. Teil d. Arbeit), seien einige Folgerungen besprochen, die sich direkt aus der Betrachtung der verformten Proben ergeben. Zunächst geht aus der verschiedenen Längung der Teile eines Querschnittes im Fließbereich hervor, daß die Spannungen keineswegs über den Querschnitt gleichmäßig verteilt sind, wie bei der Berechnung der effektiven Spannungen gewöhnlich vorausgesetzt wird. Ferner beweist das Auftreten der ersten Querrisse in der Stabachse[1] und der Verlauf des Bruches, daß kurz vor dem Bruch die Zugspannungen in der Stabachse, und zwar in der Mitte der Einschnürung am größten sind[1] (Martens, Ludwik). Während so der Kern des Stabes mehr Zugspannungen ausgesetzt ist, scheinen in den Mantelzonen die Schubspannungen zu überwiegen, wie aus dem Auftreten der unter etwa 45° zur Achse schräg verlaufen den Risse (vgl. Abb. 20) und der Art des Bruches in den äußeren Zonen (Trichterbildung) geschlossen werden kann.

[1] Bei Warmzugversuchen (800°) mit Eisenrundstäben (Howard) wurde nach einer Querschnittsverminderung von 94% der Stab vor dem Zerreißen ausgebaut. Nach Wegfeilen des Randes zeigte sich, daß der Bruch im Innern schon eingetreten war.

B. Spezieller Teil.

IV. Spezielle Untersuchungen über die Geometrie des Fließkegels von kristallinen Stoffen im Gebiete *II—III*[2].

1. Einleitung.

In einer früheren Veröffentlichung[3] wurde in Analogie zu der universellen Gesetzmäßigkeit des Spannungsanstieges im Fließkegel weichgeglühter, quasiisotroper,

[1] In ähnlicher Weise treten auch beim Zerreißen von Al- und Messingeinkristallen axiale, hier aber kristallographisch orientierte Risse im engsten Querschnitt auf, was auf die prinzipielle Gleichartigkeit des Deformationsvorganges im Einzelkristall und im Kristallkonglomerat hinweist. (Vgl. G. Sachs und Karnop: Z. Physik Bd. 41, 1927.

[2] An diesem Kapitel hat Herr Prof. W. v. Moellendorff wesentlichen Anteil. Er hat bei Beginn und im Verlauf der Arbeit viele wertvolle Anregungen gegeben und auch im einzelnen die theoretische Durcharbeitung durch viele Rechnungen gefördert. Wir haben ihm daher hier ganz besonders zu danken.

[3] W. v. Moellendorff: Die Gestalt des Fließkegels. Mitt. Materialpr.-Amt u. K.-W.-I. f. Metallforsch. Jg. 41, S. 60/62. 1923.

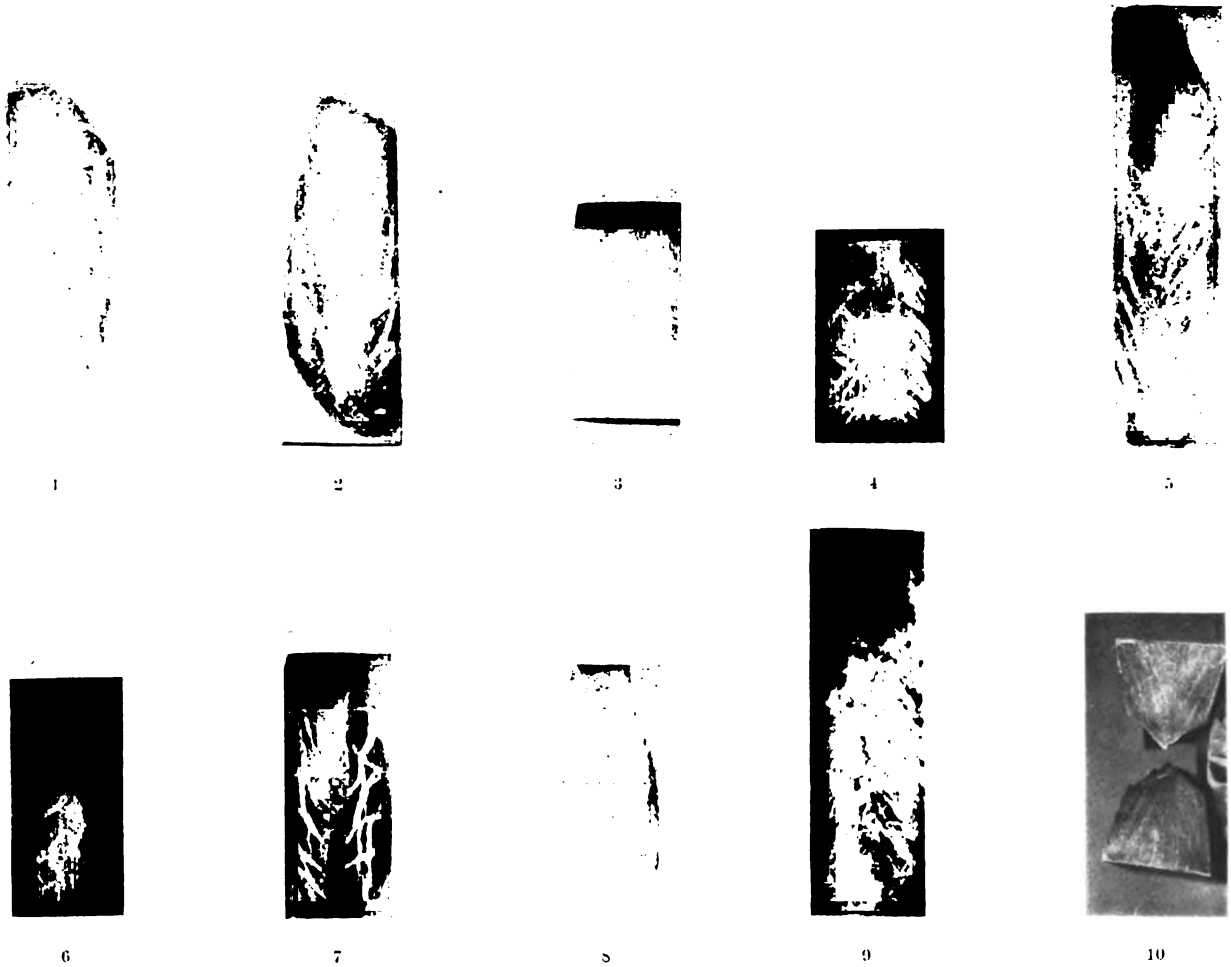


Abb. 28. Fließbereiche in verschiedenen Schnitten eines bis zum Bruch gereckten Flachstabes aus Flußeisen. Schnitte 1—10 nach Fryscher Ätzung.

Digitized by Google

feinkörniger, beim Zugversuch langsam kaltgereckter Metallprobestäbe gezeigt, daß die Fließkegel verschiedener Metalle und Stoffe nach dem Zerreißen mit gewöhnlicher Maschinengeschwindigkeit in ihrem Hauptteil (bei genügender Entfernung von den Einspannköpfen) eine geometrisch ähnliche Kontur und in ihrem am meisten eingeschnürten Nebenteil ebenfalls eine rein geometrisch bedingte (hyperboloidische) Gestalt aufweisen.

Theoretische Erwägungen führten W. v. Moellendorff zu der Annahme, daß die Erzeugenden des Hyperboloids in der Spitze des Fließkegels die Stabachse unter 45° schneiden und sich bei Annäherung an den zylindrischen Teil asymptotisch immer mehr der Stabachse parallel stellen sollten. Die Gestalt des Fließkegels wurde im Teil zwischen Wendepunkt und zylindrischer Kontur durch die einfache Formel:

$$H = -\ln (1 - R)$$

[H = axialer Abstand von der Spitze des Fließkegels, R = Radius im Abstand H, beide in Teilen des Höchstlastradius ($R = R_{II}$) gemessen] innerhalb der durch die Versuchsstörungen bedingten Grenzen dargestellt (vgl. Abb. 29).

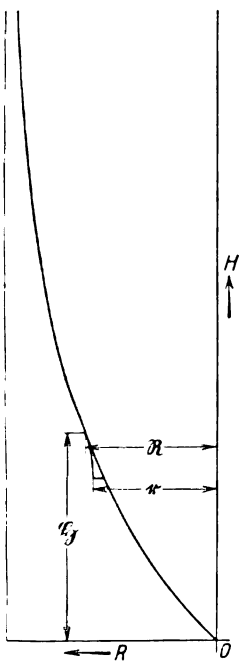


Abb. 29. Koordinaten und Bezeichnungen für die Messung des Fließkegels.
R, H = laufende Koordinaten.
R, H = Wendepunktskoordinaten.
r = Radius des kleinsten Querschnittes.

Die folgenden Ausführungen knüpfen an diese Beobachtung an und bestätigen im wesentlichen die Vorstellung, daß der beobachtete Universalismus des Spannungsanstiegs im Fließkegel verschiedener Stoffe in erster Linie durch die Art des Zerreißversuchs und die infolge der geometrischen Ausbildung der Einschnürung bedingte Abänderung des Kraftangriffs zustande kommt. In viel geringerem Maße hängt er dagegen von der Orientierungs- und eigentlichen Kristallverfestigung ab und wird somit auch von der speziellen Kristallgeometrie erst in zweiter Linie beeinflußt (vgl. S. 86).

2. Empirische Ermittlung der Konturkurve im Endstadium des Zugversuchs.

a. Meßgenauigkeit. Die Probestäbe wurden nach dem Zerreißen mit Hilfe eines Abbeschen Komparators ausgemessen, auf welchem ein Reichertsches Meßmikroskop montiert war[1]. Auf diese Weise war es möglich, die rechtwinkligen Koordinaten jedes Punktes der Profilkurve mit großer Genauigkeit zu messen. Die axialen H-Koordinaten wurden auf 0,001 mm genau in gleichen Intervallen von 0,1 mm in der Nähe der Spitze, bis zu 0,5 mm in der Nähe des zylindrischen Teiles eingestellt und die zugehörigen Durchmesser im Meßmikroskop abgelesen, wobei sich noch 0,001 mm gut schätzen ließen. Wo es angängig war, wurden die Objekte direkt vermessen. Zur Untersuchung der Plastilinastäbe, die sich in der Luft leicht verändern, und des in verschiedenen Stadien der Fließkegelbildung geprüften Aluminiumstabes Nr. 3 wurden Lichtbilder angefertigt und ausgemessen, so daß hier die Meßgenauigkeit etwas geringer ist.

Tabelle 1. Probenmaterial.

Nr.	Stoff	Zustand
1	Aluminium (99,5%)	warm gewalzt
2	„ (99,5%)	„ „
3	„ (99,5%)	„ „
4	Kupfer (Elektrolytkupfer)	weich geglüht
5	Zink I (v. Kahlbaum)	warm geschmiedet und dann kalt gewalzt
6	Stahl	weich
7	Nickelstahl	geglüht 16% Ni, 0,64% Mn, 0,12% C[1]
8	Flußeisen	weich
9	„	„
10	Blei	geschmiedet
11	Zinn	Gegossen und dann kalt geschmiedet
12	Plastilin	Bei 20° C durch Düsen gespritzt
13	„	„

Zur Ausgleichung kleiner örtlicher Störungen wurden die Koordinaten in 10fachem Maßstab aufgetragen und die beobachteten Punkte durch eine möglichst „glatte" Kurve verbunden. Die Abweichungen einzelner Punkte blieben aber stets $< 0{,}03$ mm. In der Tabelle 1. sind nähere Angaben über das Material enthalten.

b. Verlauf der Differentialquotienten (Kurventangente). Zur Bestimmung des Kurvencharakters wurden die Differentialquotienten $\frac{dR}{dH}$ nach der Formel:

$$\frac{dR}{dH} = \frac{1}{\Delta H}\left(\frac{\Delta R_+ + \Delta R}{2}\right)$$

berechnet[2] und als Funktionen von H und R in großem Maßstabe aufgetragen. Der Kurvenverlauf ist aus der Abb. 30 bei dem Kupferstab Nr. 4 zu erkennen. Der Wendepunkt der Fließkegelkurve äußert sich in einem Maximum der Kurve des Differentialquotienten, jedoch ist die Stelle des Maximums[3] infolge der Störungen nicht sehr scharf ausgeprägt. Nach der Abb. 30 läßt sich der Verlauf von dR/dH als Funktion von H rechts vom Wendepunkt angenähert durch eine Exponentialkurve oder auch eine Hyperbel wiedergeben. Einen besseren Hinweis auf die Kurvenform gibt der Verlauf von dR/dH

[1] Der Firma C. Reichert, Wien, sind wir für die liebenswürdige Unterstützung durch Bereitstellung von Meßapparaten und eines ausgezeichneten mikrophotographischen Apparates zu großem Dank verpflichtet.

[1] Stab aus Block T 5 s. Verh. d. Ver. z. Beförd. d. Gewerbefleißes 1906: Rudeloff: 7. Bericht über Untersuchungen von Eisen-Nickellegierungen, Tabelle 35.

[2] Die zweiten Differenzen ließen sich durch Wahl eines genügend kleinen Intervalles ΔH auf die Größenordnung der Fehlergrenze herabdrücken und wurden daher vernachlässigt.

[3] Die örtlichen Störungen machen sich trotz des Ausgleichs in der Kurve der Differentialquotienten durch treppenförmige Absätze kenntlich, so daß der Eindruck entsteht, als ob das Fließen nicht kontinuierlich, sondern ruckweise erfolgt, wie es sich auch im Lastdiagramm bemerkbar macht.

Digitized by Google

als Funktion des Radius R. Hier ist dR/dH in einem beträchtlichen Intervall rechts vom Wendepunkt durch eine Gerade darstellbar. Abweichungen ergeben sich in der Nähe des Wendepunkts und in der Nähe des zylindrischen Teiles, wo dR/dH weniger steil abfällt und

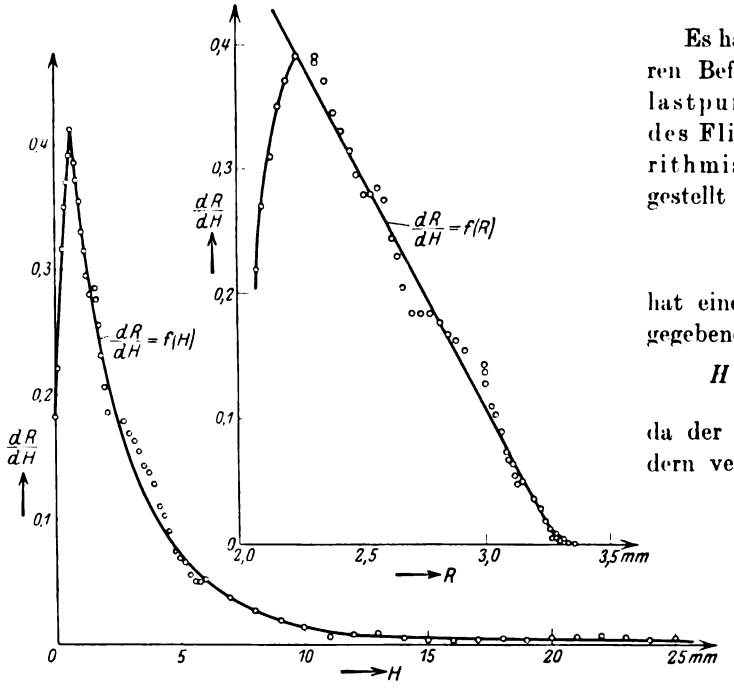


Abb. 30. Verlauf des Differentialquotienten dR/dH der empirischen Fließkegelkonturkurve als Funktion des Radius (R) (obere Figur) und der Höhe (H) (untere Figur).

deutlich gekrümmt erscheint. Der links vom Wendepunkt liegende Kurvenast ist nicht durch eine geradlinige Näherung darstellbar.

Ein ähnliches Verhalten der Differentialquotienten wurde bei sämtlichen untersuchten Probestäben beobachtet, so daß es im angegebenen Gebiet zwischen Wendepunkt bis in die Nähe des zylindrisch gebliebenen Teiles der Konturkurve (Höchstlastpunkt) in erster Näherung erlaubt ist zu setzen:

$$\frac{dR}{dH} = \frac{\operatorname{ctg}\tau_{IV}}{R_l}(R_l - R),$$

wobei τ_{IV} den Neigungswinkel der Geraden zur R-Achse, R_l den Wert von R für $dR/dH = 0$ darstellt. Da $\left(\frac{dR}{dH}\right)_{R\,0} = \tau_{IV}$ ist, stellt $\sphericalangle \tau_{IV}$ den Neigungswinkel τ der Tangente der Konturkurve mit der Stabachse im Nullpunkt dar. Der $\sphericalangle 2\tau_{IV}$ heißt „Spitzenwinkel" der Fließkegelkurve.

Die Integration der Gleichung ergibt die Beziehung:

$$H - H_{IV} = R_l \operatorname{ctg}\tau_{IV} \ln \frac{1}{R_l - R},$$

wobei:

$$H_{IV} = R_l \operatorname{ctg}\tau_{IV} \ln \frac{1}{R_l}$$

der Wert von H für $R = 0$ ist (Spitzenordinate).

Diese logarithmische Beziehung zwischen H und R steht, wie bereits erwähnt, auch mit dem Verhalten des Differentialquotienten als Funktion von H in einem großen Bereich in Übereinstimmung. Die Abweichung vom logarithmischen Gesetz macht sich in der Nähe des Höchstlastpunktes und des zylindrisch gebliebenen Stabteils besonders bemerkbar; für große H fallen die gemessenen Differentialquotienten weniger rasch ab, als es die Exponentialfunktion verlangt.

3. Prüfung der logarithmischen Formel für die Konturkurve zwischen Wendepunkt und zylindrischem Stabteil.

Es hat sich somit in Übereinstimmung mit dem früheren Befund ergeben, daß zwischen dem Höchstlastpunkt und dem Wendepunkt die Kontur des Fließkegels in erster Näherung durch eine logarithmische Funktion (bzw. Exponentialfunktion) dargestellt werden kann. Die Funktion:

$$H - H_{IV} = R_l \operatorname{ctg}\tau_{IV} \ln \frac{1}{R_l - R}$$

hat einen allgemeineren Charakter als die früher angegebene Funktion:

$$H - H_{IV} = R_l \ln \frac{1}{R_l - R} = -R_l \ln(R_l - R)\,*,$$

da der Spitzenwinkel $2\tau_{IV}$ nicht konstant $= 90°$, sondern veränderlich ist. In der folgenden Tabelle und in den Abb. 31 und 32 sind die Ergebnisse von Messungen an verschiedenen kristallinen Stoffen niedergelegt, aus denen ersichtlich ist, wieweit und in welchem Intervall das Näherungsgesetz innerhalb der Fehlergrenzen und der unvermeidlichen Störungen Gültigkeit besitzt[1].

Die Tabelle 2 enthält in den senkrechten Spalten von links nach rechts die Nummer, Zustand und die Versuchsbedingungen, in Spalte 5 und 6 die Konstanten:

$$A = \frac{1}{M} \operatorname{ctg}\tau_{IV},$$

$$B = R_l \cdot \frac{1}{M} \operatorname{ctg}\tau_{IV} \log R_l = A \log R_l$$

der auf den gewöhnlichen Logarithmus bezogenen Formel:

$$\bar{H} = -A \log(1 - \bar{R}) + H_{IV};$$

$$\bar{H} = \frac{H}{R_l}; \quad \bar{R} = \frac{R}{R_l}; \quad \bar{H}_{IV} = \frac{H_{IV}}{R_l}.$$

Spalte 7 enthält den „Spitzenwinkel" τ_{IV}, ferner die Spalten 8, 9, 10, 11 den Ausgangsradius R_0, den

* Setzt man $\frac{H}{R_l} = H$ und $\frac{R}{R_l} = R$

und

$$H_{IV} = +R_l \operatorname{ctg}\tau_{IV} \ln R_l,$$

so erhält man die Formel:

$$H = -\operatorname{ctg}\tau_{IV} \ln(1 - R),$$

welche für $\tau_{IV} = 45°$ ohne weiteres in die frühere Formel übergeht. Bei Einführung des gewöhnlichen log ist:

$$H = -\frac{1}{M} \operatorname{ctg}\tau_{IV} \log(1 - R)$$

und

$$H_{IV} = -R_l \operatorname{ctg}\tau_{IV} \cdot \frac{1}{M} \log R_l,$$

wo $\frac{1}{M} = \ln 10 = 2.30258509$ ist.

[1] Die Konstanten R_l und τ_{IV} wurden aus der Differentialquotientenkurve ermittelt, indem eine Gerade so in das Streufeld gelegt wurde, daß die Abweichungen möglichst symmetrisch lagen und möglichst klein blieben.

Digitized by Google

Höchstlastradius R_{II} und der aus der logarithmischen Näherung ermittelten Asymptotenradius R_l. In den Spalten 11, 12 sind die Gültigkeitsgrenzen für die logarithmische Näherung in Prozenten des Radius R_l, und in den Spalten 13, 14 die prozentuale Querschnittsverminderung bezogen auf den Ausgangsquerschnitt f_0 angegeben.[1]

Man erkennt aus der Tabelle 2 zunächst, daß der Spitzenwinkel der logarithmischen Linie im Punkte *IV* (100% Einschnürung) in keinem Falle gleich 45° ist, wie ursprünglich angenommen wurde, sondern bei den untersuchten kubischen Metallen >45°, bei dem hexagonalen Zink <45° zu sein scheint.

Bei Blei ist eine kleine Abweichung vorhanden, die möglicherweise auf einer bei der Deformation eingetretenen Rekristallisation beruht. Der Einfluß derselben macht sich neben dem eigentlichen Temperatureffekt auch bei dem bei 700° gereckten Flußeisenstab

[1] Berechnet nach der Formel:

$$\frac{R_l}{R_0} = a; \quad \frac{R}{R_l} = R'; \quad \frac{R}{R_0} = a R'; \quad \frac{f}{f_0} = a^2 R'^2;$$
$$1 - \frac{f}{f_0} = q = (1 - a^2 R'^2).$$

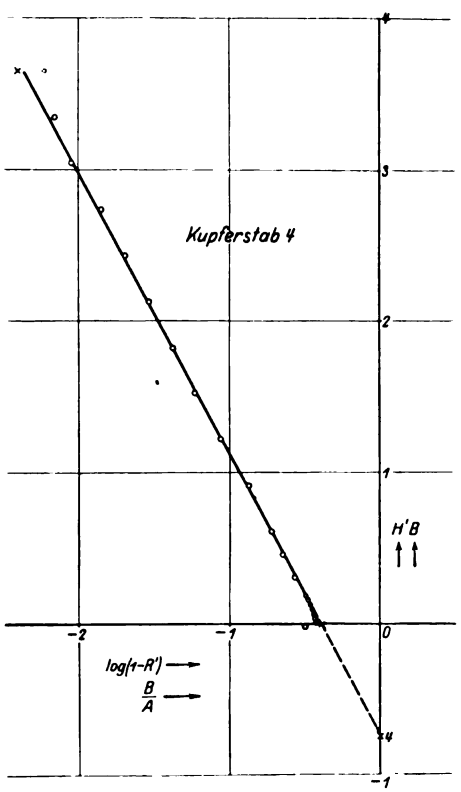


Abb. 31. Prüfung der logarithmischen Näherungskurve für die Fließkegelkontur im Bereich zwischen Wende- und Höchstlastpunkt an einem Kupferrundstab. (Beobachtete Werte sind durch o gekennzeichnet.

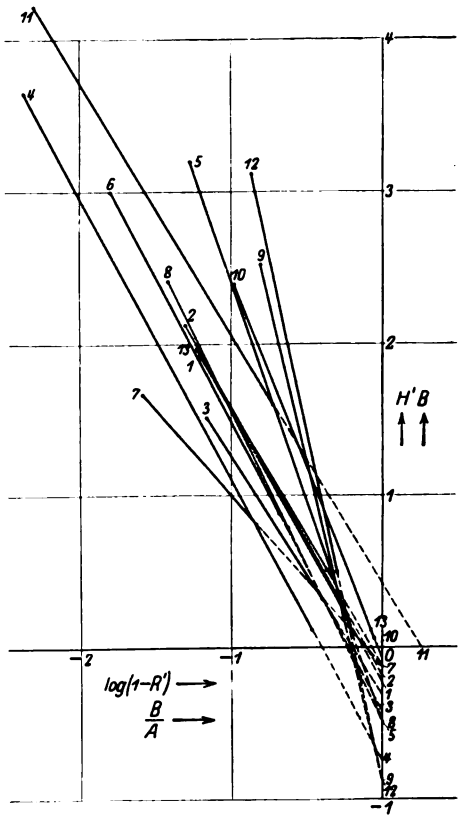


Abb. 32. Logarithmische Näherungsgeraden der Fließkegelkonturkurve bei verschiedenen Werkstoffen. 1, 2, 3 Aluminium (warm gewalzt). 4 Kupfer (weich geglüht). 5 Zink (warm geschmiedet). 6 Stahl (weich geglüht). 7 Nickelstahl (weich geglüht). 8, 9 Flußeisen (weich geglüht). 10 Blei (geschmiedet). 11 Zinn (kalt geschmiedet). 12 Plastilina (schnell gereckt). 13 Plastilina (langsam gereckt).

Tabelle 2. Konstanten der logarithmischen Näherungsformel für verschiedene untersuchte kristalline Werkstoffe.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Stab Nr.	Material	Zustand	Versuchsbedingungen	A	B	τ_{IV}	R_0 mm	R_{II} mm	R_l mm	Gültigkeitsbereich in % von R_l von	bis	in % von R_0 von	bis
1	Aluminium	warm gewalzt	$t = 20°$	—1,8060	—0,2348	51° 54′	3,000	—	2,760	41,8	93,8	85,7	25,9
2				—1,7617	—0,1803	52° 35′	3,000	—	2,770	46,5	95,0	82,1	12,2
3				—1,5885	—0,3140	55° 24′	3,000	2,718	2,790	60,8	93,1	67,7	25,2
4	Kupfer	weich geglüht	$t = 20°$	—1,8685	—0,7448	50° 51′	3,950	3,410	3,286	65,8	99,3	70,3	31,7
5	Zink	warm geschmied., dann kalt gereckt	$t = 20°$	—2,9204	—0,4899	38° 16′	3,030	2,930	2,510	46,0	95,2	85,8	38,7
6	Stahl	weich	$t = 20°$	—1,9422	—0,4278	49° 50′	10,000	—	9,000	79,1	98,4	49,3	21,7
7	Nickelstahl	geglüht, 16% Ni, 0,64% Mn, 0,12% C	$t = 20°$	—1,1365	—0,1235	63° 44′	5,055	—	4,910	85,3	97,2	32,0	10,7
8	Flußeisen	weich	$t = 550°$	—2,0481	—0,4739	48° 21′	4,850	—	4,575	76,0	96,2	49,0	18,0
9	Flußeisen	weich	$t = 700°$	—4,2397	—0,8848	28° 30′	4,850	—	3,012	44,8	84,5	92,4	72,7
10	Blei	geschmiedet	$t = 20°$	—2,5199	—0,0700	42° 25′	7,650	7,290	6,675	11,2	89,6	90,4	39,0
11	Zinn	gegossen, kalt geschmiedet	$t = 20°$	—1,6403	+0,41957	54° 32′	5,186	5,090	4,743	81,1	99,5	45,1	17,0
12	Plastilina	durch Düsen gespritzt	Schnellbelastung $t = 20°$	—4,6400	—0,8866	26° 23,5′	9,250	—	8,000	50,2	86,6	81,5	25,6
13	Plastilina	durch Düsen gespritzt	Dauerbelastung 48 St.	—1,7206	—0,1194	53° 14′	9,250	8,930	8,840	57,1	93,8	70,7	19,4

($A = \frac{1}{M} \operatorname{cotg} \tau_{IV}$, $B = A \log R_l$, τ_{IV} = Spitzenwinkel der log. Formel, R_0 = Ausgangsradius, R_{II} = Höchstlastradius, R_l = Asymptotenradius, aus der log. Formel ermittelt).

Digitized by Google

Tabelle 3.

Konstanten des Nickelstahlstabes in verschiedenen Zuständen der Fließkegelbildung (s. auch Abb. 33).

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Stadium Nr.	Material	Zustand	Versuchsbedingungen	A	B	τ_{IV}	R_0 mm	R_I mm	Gültigkeitbereich in % von R_I von	bis	in % von R_0 von	bis
1				−3,0986	−3,2644	36° 37′		4,970	96,0	98,1	10,7	7.1
2	Nickelstahl			−2,1449	−1,9463	47° 01′		4,970	93,8	98.1	14,7	6.8
3	16% Ni	geglüht	20°	−1,7475	−1,2784	52° 48′	5.055	4,950	91,5	97,5	19,7	6.7
4	0,64% Mn			−1,6194	−1,0263	54° 49′		4,940	90,0	98,2	22,6	7.8
5	0,12% C			−1,3022	−0,5493	60° 31′		4,930	90,9	98,4	21,3	7.9
6 (Bruch)				−1,1365	−0,1235	63° 44′		4,910	85,3	97,2	32.0	10,7

(Bedeutung der Konstanten vgl. S. 93.)

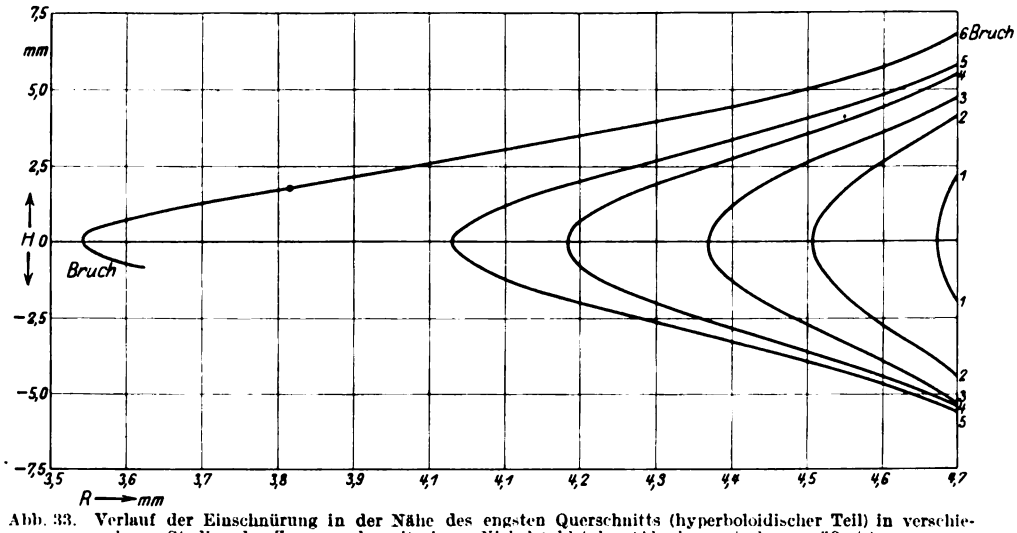


Abb. 33. Verlauf der Einschnürung in der Nähe des engsten Querschnitts (hyperboloidischer Teil) in verschiedenen Stadien des Zugversuchs mit einem Nickelstahlstab. (Abszissen stark vergrößert.)

(Nr. 9) deutlich bemerkbar, da der Spitzenwinkel nur 42° 25′ beträgt. Auch die Erhöhung der Deformationsgeschwindigkeit sowie der Temperatur wirkt sich in einer Verkleinerung des Spitzenwinkels aus, wie der Plastilinastab 12 und der Flußeisenstab 9 zeigen.

Zur zahlenmäßigen Darstellung der Näherung an die Fließkegelfigur, welche durch das logarithmische Gesetz erzielt wird, sei in der Tabelle 4 der Vergleich zwischen den gemessenen und berechneten Werten des Kupferstabes Nr. 4 durchgeführt (vgl. auch Abb. 31). Man erkennt aus der Tabelle, daß im Intervall von $H = 0{,}4$ bis $H = 11$ mm (bzw. $H = 0{,}1256 - 3{,}32$) der mittlere Fehler $\Delta < 1\%$ bleibt, also innerhalb der Meßgenauigkeit; an einzelnen Stellen können

Tabelle 4. Prüfung der logarithmischen Näherungsformel an einem Kupferrundstab (Nr. 4.)

1 H mm	2 R mm	3 $R/R_0 = R'$	4 $1 - R'$	5 H ber.	6 H gem.	7 $\Delta(H_{ber} - H_{gem})$	8 Δ in %	1 H mm	2 R mm	3 $R/R_0 = R'$	4 $1 - R'$	5 H ber.	6 H gem.	7 $\Delta(H_{ber} - H_{gem})$	8 Δ in %
0	2,055	0,6254	0,3746	0,05198	0	+0,0520	—	3,0	2.848	0,8667	0,1333	0,89046	0,9130	−0,0225	−0.75
0,1	2,074	0.6312	0,3688	0,06464	0,0343	+0,0303	+30	3,2	2,881	0,8767	0,1233	0,95374	0,9738	−0,0201	−0.63
0.2	2,099	0,6388	0,3612	0,08154	0,0609	+0,0206	+10	3,4	2,913	0,8865	0,1135	1,02093	1.0346	−0,0137	−0.40
0.3	2,128	0,6476	0,3824	0,10160	0,0913	0.0103	+3.4	3,6	2,943	0,8956	0,1044	1,08876	1,0955	−0,0067	−0.18
0.4	2,162	0,6579	0,3421	0,12563	0,1217	0,0039	+0,75	3,8	2,970	0,9038	0,0962	1,15513	1,1564	−0,0013	−0,03
0,5	2,198	0,6689	0,3311	0,15215	0,1522	0,0000	0	4,0	2,998	0,91235	0,08765	1,2307	1,2173	+0,0134	+0.33
0,6	2,236	0,6805	0,3195	0,18109	0,1826	−0,0015	−0,25	4,2	3,021	0,91935	0,08605	0,2456	1,2781	+0,0325	+0.75
0.7	2,276	0,6926	0,3074	0,21242	0,2130	−0,0006	−0,08	4,4	3,042	0,9257	0,0743	1,3648	1,3390	+0,0258	+0,59
0,8	2,314	0,7042	0,2958	0,24363	0,2435	+0,0001	+0,12	4,6	3,062	0,9318	0,0682	1,4343	1,3999	+0,0344	+0.75
0,9	2,353	0,7161	0,2839	0,27694	0,2739	+0,0030	+0,33	4,8	3,078	0,9367	0,0633	1,4948	1,4607	+0,0341	+0,71
1,0	2,388	0,7267	0,2733	0,30783	0,3043	+0,0035	+0,35	5,0	3,091	0,94065	0,0594	1,5464	1,5216	+0,0248	+0.50
1.1	2,422	0,7371	0,2629	0,33932	0,3348	+0,0045	+0,41	5,2	3,105	0,9449	0,0551	1,6074	1,5825	+0,0249	+0,48
1.2	2,454	0,4768	0,2532	0,36983	0,3652	+0,0046	+0,38	5,4	3,117	0,9486	0,0514	1,6638	1.6433	+0,0205	+0,38
1.3	2,485	0,7562	0,2438	0,40053	0,3956	+0,0049	+0,38	5,6	3,127	0,9516	0,0484	1,7126	1,7042	+0,0084	+0,15
1.4	2,513	0,7646	0,2354	0,42897	0,4260	+0,0030	+0,21	5.8	3,137	0,95465	0,0454	1,7645	1,7651	−0,0006	−0.01
1,5	2,541	0,7733	0,2267	0,45954	0,4565	+0,0030	+0,20	6.0	3,147	0,9577	0,0423	1,8219	1,8259	−0,0040	−0,07
1,6	2,569	0,7818	0,2182	0,49055	0,4869	+0,0036	+0,22	7,0	3,190	0,9708	0,0292	2,1227	2,1302	−0,0075	−0.10
1,7	2,594	0,7894	0,2106	0,51931	0,5173	+0,0020	+0,12	8,0	3,219	0,9796	0,0204	2,4137	2,4346	−0,0209	−0,25
1.8	2,620	0,7973	0,2027	0,55035	0,5478	+0,0025	+0,14	9,0	3,241	0,9863	0,0137	2,7367	2,7389	−0,0022	−0,02
1,9	2,643	0,8043	0,1957	0,57886	0,5782	+0,0007	+0,04	10,0	3,257	0,9912	0,0088	3,0960	3,0432	+0,0528	+0.53
2,0	2,666	0,8113	0,1887	0,60842	0,6086	−0,0002	−0,01	11,0	3,264	0,9933	0,0067	3,3172	3,3475	−0,0303	−0,28
2.2	2,703	0,8226	0,1774	0,66853	0,6695	−0,0010	−0,05	12,0	3,267	0,9942	0,0058	3,4343	3,6519	−0,2176	−1.8
2,4	2,740	0,8338	0,1662	0,72145	0,7304	−0,0090	−0,38	13,0	3,278	0,9976	0,0024	4.1173	3,9562	+0.1611	+1.2
2,6	2,777	0,8451	0,1549	0,76859	0,7912	−0,0226	−0,87	14,0	3,283	0,9991	0,0009	4,9462	4,2605	+0,6857	+4,9
2,8	2,814	0,8564	0,1436	0,83006	0,8521	−0,0220	−0,79								

$\tau = 50° 51'$; $R_0 = 3{,}95$; $R_{II} = 3{,}41$; $R_I = 3{,}286$; $H = H/R_0$

Digitized by Google

jedoch infolge örtlicher Störungen systematische Abweichungen auftreten, entsprechend örtlichen Inhomogenitäten (z. B. im Gebiete $4{,}2 \leqq H \leqq 5{,}4$ mm). Bei größeren H-Werten als 11 mm macht sich eine größere Abweichung von der logarithmischen Kurve geltend in dem Sinne, daß die berechneten H-Werte größer als die gemessenen werden, was gleichbedeutend damit ist, daß die berechneten Radien kleiner werden als die gemessenen, also die logarithmische Kurve steiler ins Unendliche läuft als die gemessene Kontur.

4. Prüfung der hyperbolischen Formel für die Konturkurve zwischen Wendepunkt und kleinstem Querschnitt der Einschnürung.

Für das Gebiet der Fließkegelkurve zwischen dem Wendepunkt und dem kleinsten Querschnitt ergibt sich empirisch in Übereinstimmung mit dem früheren Befund in erster Näherung eine Hyperbel, deren Gleichung in der Form:

$$r^2 = \mathfrak{r}^2 + (H - H_k)^2 \operatorname{tg}^2 \gamma$$

geschrieben werden soll. Hierbei ist $\mathfrak{r}$ der Kehlkreisradius (Radius der stärksten Einschnürung), H_k die Ordinate des Kehlkreises und γ der Winkel der Erzeugenden des Rotationshyperboloids, dessen Meridianschnitt die genannte Hyperbel ist. Die Kurve des Differentialquotienten: $\frac{d\mathfrak{r}}{dH} = \frac{\operatorname{tg}\gamma}{r}\sqrt{r^2 - \mathfrak{r}^2}$ als Funktion von r berührt die Gerade $r = \mathfrak{r}$ im Kehlkreis und geht durch den Wendepunkt der logarithmischen Linie mit wachsendem r ins Unendliche, ohne ein Maximum zu erreichen.

Aus Tabelle 5, welche bei einem Stahlstab Nr. 5 mit gut meßbarem hyperbolischen Teil erhalten wurde, geht hervor, wieweit das genannte Hyperboloid in erster Näherung mit der Kontur zwischen den Wendekreisen übereinstimmt (vgl. auch das Lichtbild dieses Stahlstabes Abb. 34). Es ist hier die Übereinstimmung zwischen Beobachtung und Rechnung anscheinend schlechter wie im logarithmischen Teil, dabei ist aber zu berücksichtigen, daß in der Nähe des Kehlkreises schon ein sehr kleiner Meßfehler des Radius eine beträchtliche Abweichung der berechneten und gemessenen Höhen ergibt und auch Störungen durch die Nähe der Bruchstelle bedingt sind. Von $H = 4{,}4$ ab geht das Hyperboloid in die logarithmische Kontur über. In der Abb. 33 ist zur weiteren Veranschaulichung das Resultat der Ausmessung der Einschnürung im hyperbolischen Teil in verschiedenen Stadien des Zerreißversuches des genannten Nickelstahlstabes wiedergegeben.

Tabelle 5. Nickelstahlstab Nr. 5.

Prüfung des hyperboloidischen Teiles nach der Formel: $H = -\sqrt{r^2 - \mathfrak{r}^2}\operatorname{ctg}\gamma$;
$\mathfrak{r}^2 = 37{,}94$; $\operatorname{ctg}\gamma = 1{,}215$; $\mathfrak{r} = 6{,}160$ mm.

H gem.	$H - H_k$ gem.	r gem. mm	r^2	$r^2 - \mathfrak{r}^2$	$\sqrt{r^2 - \mathfrak{r}^2}$	$\frac{H - H_k}{\sqrt{r^2 - \mathfrak{r}^2}}$	$H - H_k$ ber. mm	$H - H_k$ ber. − gem. mm	Fehler in %
0	−2,6	6,592	43,45	5,51	2,347	1,11	−2,85	+0,25	9,5
0,4	−2,2	6,402	40,99	3,05	1,747	1,26	−2,12	−0,08	3,6
0,8	−1,8	6,336	40,14	2,20	1,483	1,21	−1,805	+0,005	0,3
1,2	−1,4	6,269	39,30	1,36	1,166	1,20	−1,415	+0,015	1,0
1,6	−1,0	6,213	38,60	0,66	0,813	1,23	0,987	−0,013	1,3
2,0	−0,6	6,180	38,19	0,25	0,500	1,20	0,607	+0,007	1,2
2,4	−0,2	6,162	37,97	0,028	0,166	1,205	0,207	+0,007	3,5
2,8	+0,2	6,162	37,97	0,028	0,166	1,285	0,207	+0,007	3,5
3,2	+0,6	6,179	38,18	0,24	0,490	1,225	0,595	−0,005	1,0
3,6	+1,0	6,219	38,68	0,74	0,860	1,170	1,040	+0,040	4,0
4,0	+1,4	6,266	39,26	1,32	1,149	1,22	1,400	+0,000	0,0
4,4	+1,8	6,324	39,99	2,05	1,432	1,26	1,74	−0,060	3,0
4,8	+2,2	6,390	40,83	2,89	1,700	1,295	2,07	−0,130	6,0
5,2	+2,6	6,469	41,85	3,91	1,977	1,32	2,40	−0,200	7,7
5,6	+3,0	6,555	42,97	5,03	2,243	1,34	—	—	—
6,0	+3,4	6,642	44,12	6,18	2,486	1,36	—	—	—
					Mittel: $\operatorname{cotg}\gamma = 1{,}215$				

Abb. 34. Rundstab aus weichem Stahl mit Fließkegel.

5. Deutung der Konstanten in der logarithmischen Formel.

Ohne den im II. Teil der Untersuchung enthaltenen theoretischen Erörterungen vorzugreifen, seien hier rein empirisch die Bedeutung der Formelkonstanten kurz erörtert:

a. Bedeutung des Asymptotenradius (R_l) und des Spitzenwinkels (τ_{IV}). Wie aus der Tabelle 2 ersichtlich ist, ist der aus der logarithmischen Formel ermittelte Asymptotenradius durchweg etwas kleiner als der übliche Höchstlastradius R_{II}, welcher sich aus dem Lastdehnungsdiagramm ergibt. Bekanntlich bleibt jedoch die Höchstlast über ein gewisses Dehnungsintervall konstant, welches sich z. B. bei dem Kupferstab Nr. 4 von 25 bis 34% Dehnung erstreckt. Der logarithmische Asymptotenradius kommt dem kleinsten Höchstlastradius sehr nahe, jedoch sei in Anbetracht des Näherungscharakters der logarithmischen Linie dahingestellt, wie weit dieses Zusammenfallen physikalisch begründet ist.

Der Spitzenwinkel τ_{IV} der logarithmischen Kurve bei 100% Einschnürung ist ein Maß für die „Schlankheit" des Fließkegels. Er hängt mit der Gesamtdehnung im Fließkegel aufs engste zusammen, welche bei 100% Querschnittsabnahme erreicht sein würde und stellt somit eine charakteristische Größe des Materials dar, welche auch zu dessen Kennzeichnung herangezogen werden kann (vgl. Tabelle 2).

b. Abhängigkeit der Konstanten vom Kristallsystem. Bei Betrachtung der Tabelle 2 erkennt man, daß der Spitzenwinkel bei allen untersuchten Proben von 45° abweicht. (Vgl. S. 93.) Es läßt sich mit allem Vorbehalt eine gewisse Abhängigkeit vom Kristallsystem feststellen, insofern die kubischen Metalle wie Al, Fe und Cu im Endzustand einen mittleren Spitzenöffnungswinkel: $2\,\tau_{IV} = 102°$ aufweisen, während unter gleichen Versuchsbedingungen der Spitzenwinkel beim hexagonalen Zink ca. 76° beträgt.

Digitized by Google

Zusammenfassung.

Die von W. v. Moellendorff geäußerte Vermutung, daß der Universalismus der Spannungsverformungskurve und der Ausbildung der Fließkegelkontur bei plastischen, speziell kristallinen Materialien, in rein geometrischen Gesetzmäßigkeiten bei der Bildung diese Kontur begründet ist, wird an Hand der plastischen Verformungsvorgänge beim Zugversuch untersucht.

Es werden die für einen einachsigen Spannungszustand notwendigen Voraussetzungen angegeben und gezeigt, daß dieser Zustand durch die Ausführung des Zugversuches nie erreicht wird, so daß stets mit einem mehrachsigen Spannungszustand zu rechnen ist. Dieser wird für den Fall, daß ein Umdrehungskörper eine symmetrische Verzerrung erfährt, behandelt, und die partielle Differentialgleichung nach Love für den Spannungszustand angegeben, der sich bei rein elastischer Verzerrung ergibt. Die praktische Anwendung dieser Gleichungssysteme wird auf Grund einer Arbeit von Filon besprochen, der die elastischen Beanspruchungen eines zylindrischen Probestabes mit ringförmigen Einspannflächen bei verschiedenen Belastungen errechnete. Aus diesen Rechnungen gehen schon deutlich der inhomogene Spannungszustand, der durch die Einspannung bzw. den Kopfeinfluß hervorgerufen wird, sowie die Fehler hervor, die beim Messen der Dehnungen derartiger, insbesondere kurzer Probestäbe in der Nähe der Einspannung auftreten. Homogene einachsige Spannungszustände dürften daher nur bei sehr langen Stäben in großer Entfernung von der Einspannung einigermaßen verwirklicht sein. Aus Versuchen von Bach u. a. wird gefolgert, daß das Hookesche Gesetz und ähnliche Spannungsverformungsformeln (Schüle, Mehmke, Jensch) nur den Charakter von Näherungsformeln haben, weil eine Elastizitätsgrenze in polykristallinen Konglomeraten praktisch nicht existiert, sondern strenge Proportionalität zwischen Spannung und Verformung nur bei Einzelkristallen auftritt (Geiß, van Arkel).

Es wird ferner erläutert, daß die Inhomogenitäten des Spannungszustandes sich in verstärkter Weise im Gebiete plastischer Deformation bemerkbar machen und von dem Gefüge des Materials stark beeinflußt werden. Die dabei auftretenden Vorgänge werden besprochen, und insbesondere das Auftreten von Fließfiguren (Narbenbildung, Knitterung usw.) an Hand eigener Versuche, sowie der Arbeiten von Barba, Kirsch, Martens, Hartmann, Nadai, Jevons untersucht. Danach treten Fließfiguren in ausgeprägter Weise nur bei sehr feinkörnigen Stoffen (Eisen) auf; sie sind Anschnitte von gesetzmäßigen Verformungszonen im Probekörper und verlaufen in den Richtungen der maximalen Zugspannungen, die am Stabkopf, wo die Fließfiguren ja auch im allgemeinen entstehen, am größten sind.

Die Theorien der Formänderungen beim Zugversuch von Ludwik, v. Moellendorff, Lorenz, Stead, Hencky, v. Mises, Schleicher im Gebiete plastischer Verformung bis zur Höchstlast werden besprochen und mit einigen Modifikationen die Anschauung bestätigt, daß der Formänderungsvorgang in der Hauptsache sich aus den Verformungen des Einzelkornes durch Drehung, Verzerrung und Gleitung in „kristallographischen" Gleitebenen und aus der Verformung des Probekörpers längs „banaler" Fließ- oder Gleitebenen zusammensetzt, die durch Kraftrichtung, Probenform und Art des Werkstoffes bestimmt sind.

Im Gebiet Höchstlast—Bruch der Spannungs-Verformungskurve, in welchem die Fließkegelbildung erfolgt, wird die Höchstlastbedingung W. v. Moellendorffs: $s_{IV} = 2\,s_{II}$ aus der Tangente an die Kurve im Höchstlastpunkt neu abgeleitet, der Eintritt der Einschnürung besprochen und die möglichen Ursachen näher dargelegt, die bewirken, daß oft nicht ein Höchstlastpunkt, sondern nur ein Höchstlastgebiet beobachtet wird. Die Spannungs-Verformungskurven von W. v. Moellendorff, I. Stead und E. Siebel werden durch Reihenentwicklung miteinander verglichen und aus der Henckyschen Theorie, die u. a. die Abweichungen der empirischen Kurven von der v. Moellendorffschen Geraden auf den Geschwindigkeitseinfluß zurückführt, abgeleitet, daß diese Gerade als ein unterer Grenzzustand des durch die Geometrie des Fließkegels erzeugten Spannungszustandes deutbar ist, während die anderen Formeln nur Zwischenstadien zwischen diesem und dem Fall völlig freier Dehnung darstellen und sich gegebenen äußeren Verhältnissen angepaßt haben, ohne jedoch allgemeine Gültigkeit zu besitzen.

Die aus dem Universalismus der Spannungsanstiegskurve von W. v. Moellendorff gezogene Folgerung, daß dieser seine fundamentale Ursache in einem durch die Versuchsausführung begründeten universellen geometrischen Verformungsmechanismus („Gestaltsverfestigung") hat und in einer gleichförmigen logarithmischen bzw. hyperbolischen Fließkegelkontur zum Ausdruck kommt, wird an zahlreichen Materialien untersucht. Es ergibt sich, daß die Fließkegelkontur von Rundstäben in erster Näherung empirisch durch eine logarithmische bzw. hyperbolische Funktion dargestellt werden kann, in die zwar das Kristallsystem als Konstante eingeht, und die ferner von der Geschwindigkeit und Probenform beeinflußt wird, die aber ebensowenig wie die Spannungsverformungskurve eine ausgeprägte Materialfunktion ist.

Schlußbemerkung.

In einem demnächst erscheinenden zweiten Teil der Arbeit werden die Spannungen und Verformungen im Fließkegel noch einer eingehenden theoretischen Untersuchung unterzogen und mit den Ergebnissen des I. Teiles verglichen werden, wodurch sich eine weitere Möglichkeit zur Prüfung der neuen Plastizitätstheorien ergibt.

Digitized by Google

Abhängigkeit der elastischen Dehnungszahl α des Kupfers von der Vorbehandlung und Versuchsführung.

Von **W. Kuntze.**

Einleitung.

Die bisher bekanntgewordenen Elastizitätszahlen, insbesondere der Nichteisenmetalle, erwecken kein Vertrauen, weil die Zahlenangaben in weiten Grenzen schwanken. Die Bedingungen, unter denen die Zahlen beobachtet wurden, sind vermutlich nicht vergleichbar, und genauere Angaben hierfür sind selten vorhanden.

Die Einflüsse verschiedener Versuchsbedingungen auf die Veränderlichkeit der elastischen Dehnungszahl α sind trotz größerer Zahl von Einzelversuchen nicht sicher bekannt. Es wurde daher der Versuch gemacht, die Abhängigkeit der gemessenen elastischen Größen von den Versuchsbedingungen systematisch klarzustellen, um einen Rückschluß auf die Größe der wirklichen elastischen Dehnungszahl zu ziehen. Daß α sich mit der Spannung und plastischen Dehnung (Reckung) ändert, ist bekannt[1]. Daß aber häufig eine absichtliche sehr kleine Reckung (Überlastung) vor dem Versuch vorgenommen wird, um möglichst reine elastische Werte zu erzielen, läßt den Einwand zu, daß hierdurch α an sich verändert worden ist. Um welchen Betrag, ist nicht bekannt. Gleichfalls ist nicht bekannt, ob der Einfluß des Vorreckens auch bei hartgezogenen Werkstoffen — die ja eine Kaltverformung schon in sich haben — noch von Einfluß ist. Noch völlig ungeklärt sind die Einwirkungen der Ablagerung und Vergütung auf die Elastizitätszahlen.

Bei der Ermittlung von α auf statischem Wege[2] durch Belasten in der Prüfmaschine und durch Messung der Dehnung mit Feinmeßgerät sind infolgedessen zu berücksichtigen:

1. Der Belastungsbereich beim Versuch, sobald das Hookesche Gesetz nicht gilt, also α innerhalb verschiedener Lastbereiche sich ändert (Hysterese und Nachwirkung).

2. Das Auftreten sehr kleiner plastischer Dehnungen während des Versuchs und als weitere allgemeine Folgerung hieraus die Abhängigkeit von α vom Reckgrad.

3. Der Zieh- oder Walzgrad.

4. Das Altern und das Vergüten[3].

Aus diesen Gesichtspunkten heraus wurde ein Versuchsprogramm entwickelt, welches an Kupfer durchgeführt wurde, da Kupfer als ein sehr gleichmäßiger einheitlicher Stoff gegenüber dem komplizierten Eisen (Zweistoff) als allgemeiner Fall in Frage kommt.

Verfolgt wurde die elastische Dehnungszahl $\alpha = \frac{1}{E}$ (nach v. Bach), worin E den Elastizitätsmodul bedeutet. Die Dehnungszahl α gibt die Dehnung für die Spannungseinheit an, also $\alpha = \frac{\varepsilon}{\sigma}$, worin ε die Verlängerung der Längeneinheit, also $\varepsilon = \frac{\lambda}{l}$ bedeutet (λ = Längenänderung der Meßlänge l). Für rein elastische Stoffe, für die das Hookesche Gesetz Gültigkeit hat, bleibt α innerhalb des elastischen Bereichs konstant. Für Stoffe, die dem Hookeschen Gesetz nicht unterliegen, muß α mit sich ändernder Belastung seinen Wert ändern. Wenn man überhaupt bei Stoffen, wie Kupfer, von einer elastischen Dehnungszahl sprechen darf, so muß man sich damit abfinden, daß in der Zahl α die Hysterese enthalten ist, die mit der Spannung wächst. Zur Ermittlung der veränderlichen α-Werte wurden die elastischen Verlängerungen bei zunehmender Spannung durch die nachstehend beschriebenen Versuche festgestellt. Wie es in der Praxis üblich ist, wurde die Veränderlichkeit der elastischen Dehnung mit der Spannung nicht aus den in allen Punkten des elastischen Spannungsdehnungsdiagramms angelegten Tangenten $\left(\alpha = \frac{d\varepsilon}{d\sigma}\right)$ ermittelt, sondern aus den zwischen dem Ausgangspunkt und den übrigen Lastpunkten des Diagramms gezogenen Sehnen $\left(\alpha = \frac{\varepsilon}{\sigma}\right)$, so daß α eine mittlere Dehnungszahl zwischen der Belastung 0 und der dem Diagrammpunkt entsprechenden Belastung darstellt. Im Ausgangspunkt des Diagramms fallen Sehne und Tangente an die Kurve zusammen.

I. Versuchsdurchführung und Auswertung.

1. Proben und Prüfgerät.

Die Versuche wurden auf einer 10-t-Zerreißmaschine von Mohr & Federhaff mit Laufgewichtswage durchgeführt, und die Dehnungswerte mittels Martensscher Spiegelapparate gemessen. Hierbei betrug die Meßlänge zuerst 10 cm und nach größeren Reckungen 15 cm. Der geglühte Kupferstab (Abb. 1 zeigt im Querschliff den normalen und gleichmäßigen Oxydulgehalt) hatte zu Beginn einen Durchmesser von 16 mm bei einer Versuchslänge von 220 mm. Für die Einspannung war der Stab mit Gewindeköpfen versehen. Dieser Stab diente zur systematischen Ermittlung der Einflüsse der Reckung in der Maschine und des Belastungsbereichs auf die elastischen Eigenschaften sowie der Hysterese, der Alterungserscheinungen und Vergütungseinflüsse. Wie sich der Einfluß der Versuchsbedingungen auf die Elastizitätswerte an verschieden stark in der Düse herabgezogenen Kupferstäben verhält, wurde an Proben anderer Herkunft von 8 mm Durchmesser ohne Einspannköpfe festgestellt. Diese Proben waren

1. geglüht,
2. halbhart, von 8,55 auf 8 mm kalt herabgezogen,
3. hart, von 10 auf 8 mm kalt herabgezogen.

Da sich bei diesen Proben ungleichmäßige rißartige Oxyduleinschlüsse vorfanden (vgl. Abb. 2 und 3), wurden mit ihnen nur Stichversuche vorgenommen.

[1] Grüneisen: Ann. Physik Bd. 22, S. 801. 1907; Bach und Baumann: Elastizität und Festigkeit. Berlin: Julius Springer 1924; Körber und Rohland: Mitt. Eisenforsch. Bd. 5, S. 37—54. 1924.

[2] Vermutlich dürften diese Voraussetzungen auch für andere Untersuchungsmethoden Gültigkeit haben.

[3] Sachs-Fiek: Der Zugversuch, S. 134. 1926.

Digitized by Google

2. Nachwirkung und Hysterese und deren Einfluß auf die Versuchswerte.

Der allgemeine Versuchsverlauf sei an Abb. 4a erörtert. An der Stelle B des Dehnungsdiagramms sei der Stab mit P kg belastet. Diese Last sei so lange konstant erhalten, bis bei C ein auffälliges Nachdehnen nicht mehr stattfindet[1].

Abb. 1. Vergr. 200fach. Querschliff eines Kupferstabes mit gleichmäßigem Oxydulgehalt.

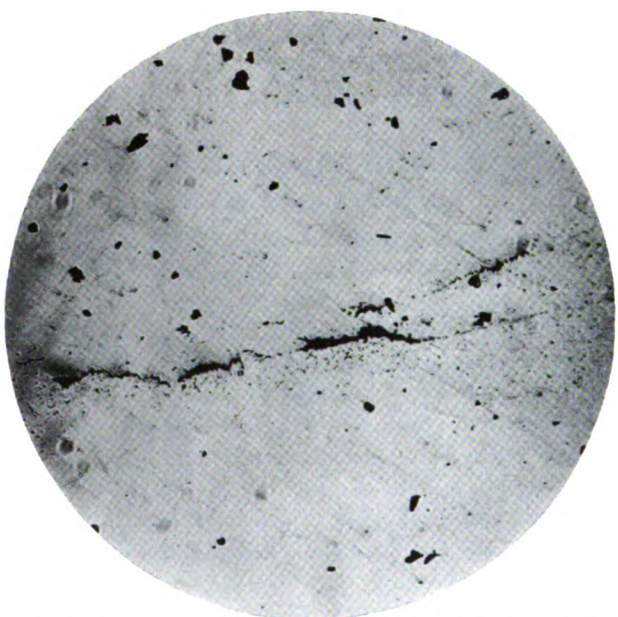


Abb. 2. Vergr. 65fach. Querschliff eines Kupferstabes mit ungleichmäßigem Oxydulgehalt.

[1] Ein Versuchsbeispiel zur Erläuterung des Abklingens der Nachdehnung mit der Zeit unter einer konstanten Last $P = 1200$ kg (der Stab war vorher bei 1100 kg um 0,26% gereckt worden und hatte einen Querschnitt von 200,93 qmm) bringt Abb. 5, Versuch 3. Am Ende des Diagramms, nachdem also die Last 97 Min. gewirkt hatte, betrug die Reckung $1{,}5 \cdot 10^{-5}$ cm/min. Bei diesem Zustand der Auswirkung erscheint es als zulässig, daß man eine Entlastung (für die Feststellung elastischer Dehnungswerte) vornehmen kann, ohne daß die elastischen Werte durch die Nachreckung getrübt werden, da eine Entlastung auf die nächstniedere Laststufe, bei welcher ein Nachrecken zunächst nicht angenommen werden soll, nur einen Bruchteil einer Minute benötigt.

Bleibt nach dem Entlasten die Probe längere Zeit ruhen (Abb. 4a), so verläuft das Diagramm von D nach E. Eine Wiederbelastung ergibt den Kurvenverlauf $EC'FG$. Der Kurventeil CDE in Abb. 4a stellt mithin eine elastisch rückgängige Bewegung dar, bei welcher bleibende Dehnungen ausgeschieden sind. Die Frage, ob der elastische Weg CD (oder CDE) für eine, für alle Zustände (Belastungen, Reckungen usw.) vergleichbare Ermittlung von α herangezogen werden darf, ist jedoch zunächst völlig ungeklärt. Sowohl der längere Zeit erfordernde Rückgang von D nach E im entlasteten Zustand als auch — trotz vorheriger Auswirkung der Last — das Auftreten noch weiterer plastischer Reckungen $C'F$ nach vorangehender Entlastung und darauffolgender Wiederbelastung schon unter kleinerer Last als P kg und bei viel kürzerer Belastungszeit als zuletzt bei C, lassen vermuten, daß der elastische Kurvenzug CD an seinen Enden durch unübersehbare Nachwirkungen veränderlich ausfallen kann.

Es wurden diese Verhältnisse an den Kurvenzügen der Abb. 4b näher untersucht. Das plastische Spannungs-Dehnungsdiagramm BC (5% Reckung) wurde nach nicht genügender Auswirkung der Last $P = 2350$ kg bei C durch Ent- und Belastungen zunächst in die Schleife I—II übergeführt. Die Belastungsgeschwindigkeit des Schleifenzugs betrug 200 kg/min. Bei F wurde die Probe einer längeren Auswirkung der konstanten Last P unterworfen. Die dabei auftretende

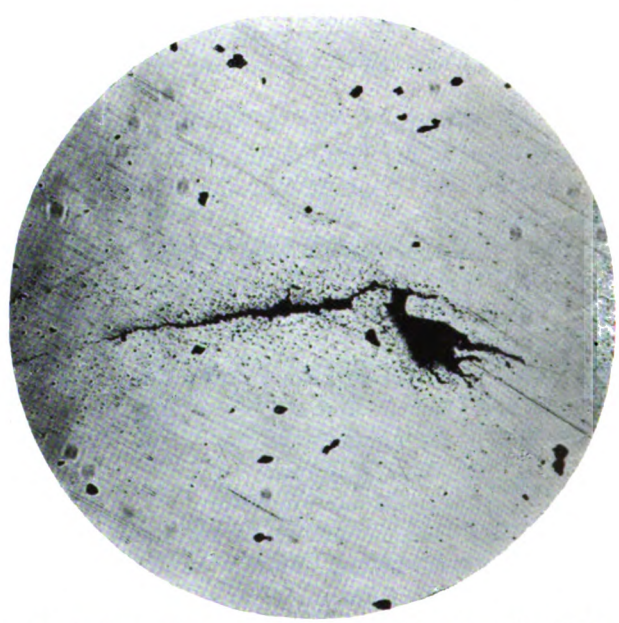


Abb. 3. Vergr. 65fach. Querschliff eines Kupferstabes mit ungleichmäßigem Oxydulgehalt.

Nachreckung $C'FG$ wurde in einem Zeit-Dehnungsbild, Abb. 5, Kurvenzug II, zur Darstellung gebracht. Hier sind die entsprechenden Buchstaben- und Zahlenbezeichnungen wie in Abb. 4b gewählt. Derselbe Vorgang wurde noch zweimal wiederholt (Kurve III, IV und V, VI in Abb. 4b), wobei die Probe um $G'KL$ bzw. $L'OR$ weiterreckte. Die entsprechenden Zeiten für die Nachreckungen sind wiederum aus den Kurven IV und VI in Abb. 5 zu entnehmen. Die jedesmaligen Nachreckungen, die unter einer geringeren Last als $P = 2350$ kg

Digitized by Google

entstanden ($C'F$; $G'K$; $L'O$) sind im Zeit-Dehnungsbild punktiert gezeichnet. Eine jede Entlastung erzeugt mithin einen unausgeglichenen Spannungszustand, welcher beim Wiederbelasten die Weiterreckung dergestalt begünstigt, daß schon unter viel geringerer Last als P die Reckungen in auffallend kürzeren Zeitabschnitten erfolgen, als wenn die Entlastung gar nicht stattgefunden hätte[1].

Nach den Entlastungen waren die rückgängigen Nachreckungen DE, HJ (Abb. 4b) auffallend gering, der Ausgleich war schon nach 6 bzw. 12 Min. so weit vorhanden, daß eine Störung des Versuchs nicht mehr stattfand. Die rückgängige Nachreckung MN, die während einer eintägigen Auswirkung auftrat, ist zu $^8/_{10}$ ihres Wertes durch einen festgestellten Temperaturabfall erzeugt worden, sie wäre also ohne Temperatureinfluß auch gering gewesen.

Für unsere Untersuchungen ist nun von Bedeutung, wie die Nachreckungen und Entlastungen auf die Größe der elastischen Dehnungen einwirken. Zu diesem Zwecke wurden zur besseren Anschauung alle Belastungskurven II, IV, VI in ihrem unteren Fußpunkte (Abb. 6a), alle Entlastungskurven I, III, V, VII in ihrem oberen Endpunkte (Abb. 6b) zusammenfallend dargestellt[2], und es zeigt sich:

Daß die Belastungskurven in ihrem unteren Abschnitt (etwa $^2/_3$ ihrer Höhe) sich vollständig decken, also die mehr oder weniger vollständige Auswirkung und die vorangehenden Entlastungen auf den unteren Teil der Kurve nicht von Einfluß sind. Die Abweichungen, auch die stärksten, infolge nicht genügender Auswirkung, beschränken sich nur auf das obere Drittel, da hier die schon beschriebenen Nachreckungen auftreten, die beim Entlasten Reste ergeben. Die Entlastungskurven I, III, V, VII decken sich unter dem Einfluß der Nachwirkungen nicht, insbesondere streuen I, III, V sehr, während V und VII schon nahe aneinandergerückt sind. Die Tangente im oberen Ende von VII verläuft angenähert parallel der Tangente im unteren Ende aller aufsteigenden Kurven[3]. Es läßt sich daher der obere Teil der Kurve VII mit dem unteren Teil der Kurven II, IV, VI angenähert zur Deckung bringen, wenn Kurve VII umgekehrt in die Abb. 6a (gestrichelt) eingezeichnet wird.

Als wichtigstes Ergebnis dieser Untersuchung läßt sich zusammenfassen, daß auch die rückgängigen elastischen Werte, bei denen ja alle Reste ausgeschieden sind, sehr unübersehbar oder zumindest sehr zeitraubend zu ermitteln sind, wenn man mit der Belastung nicht genügend weit (etwa $^1/_3$) unterhalb der vorher erreichten maximalen Belastung (jeweilige Streckgrenze) im plastischen Dehnungsschaubild verbleibt.

Anders verhalten sich Schleifen, deren Höhe nur etwa $^2/_3$ bis $^3/_4$ der vorangegangenen maximalen Be-

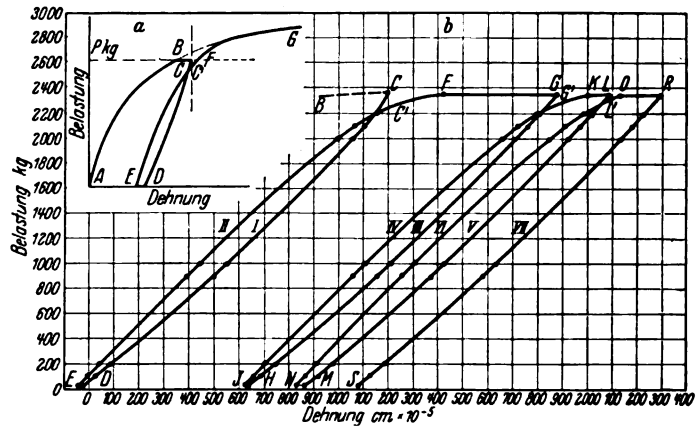


Abb. 4a und b. Einfluß von Entlastungen auf die elastischen Dehnungswerte.

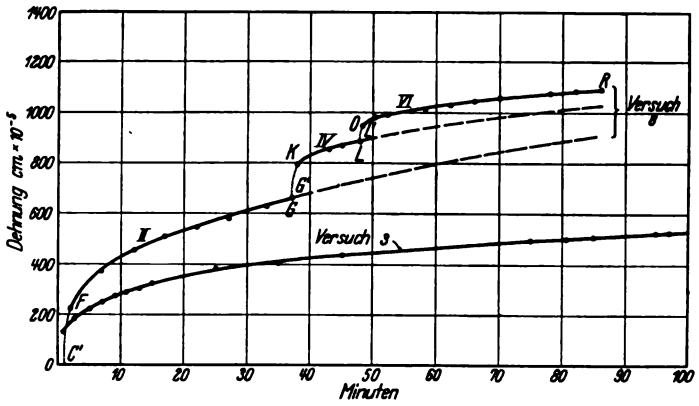


Abb. 5. Zunahme der Dehnungen mit der Belastungszeit.

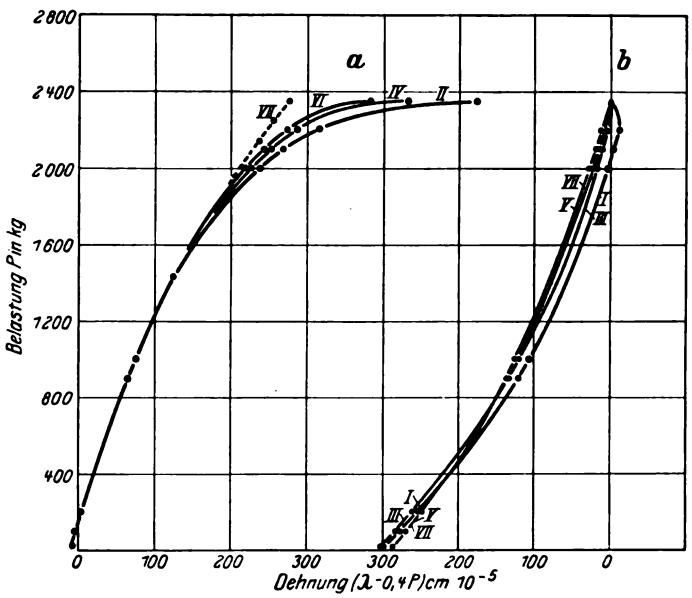


Abb. 6a und b. Vergleichende Zusammenstellung von Be- und Entlastungskurven aus Abb. 4.

[1] Vgl. S. Berliner: Über das Verhalten des Gußeisens bei langsamen Belastungswechseln, S. 51. Leipzig: Joh. Ambr. Barth 1906.

[2] Es wurde hier eine Differenzendarstellung gewählt, bei welcher in Richtung der Abszissenachse $(\lambda - 0{,}4\ P)$ cm $\cdot 10^{-5}$ aufgetragen wurde, um die sehr kleinen Unterschiede der einzelnen Kurven deutlich hervortreten zu lassen.

[3] Nach Körber und Rohland (a. a. O. S. 48) ist nicht die Tangente im oberen Umkehrpunkt parallel mit der Anfangstangente, sondern in einem tiefer liegenden Punkte „neutraler Spannung". Dies dürfte nur bei nicht völliger Auswirkung der Last der Fall sein.

Digitized by Google

lastung beträgt. In Abb. 7a und b sind zwei solcher in sich geschlossener Schleifen dargestellt, die nach einer vorangehenden Reckung von 1 bzw. 1,9% (bei 1390 bzw. 1690 kg Belastung) bis zu einer Belastung von $P = 1000$ kg aufgenommen wurden. Bleibende Dehnungswerte sind hierbei nicht vorhanden. Die gestrichelte Kurve ist

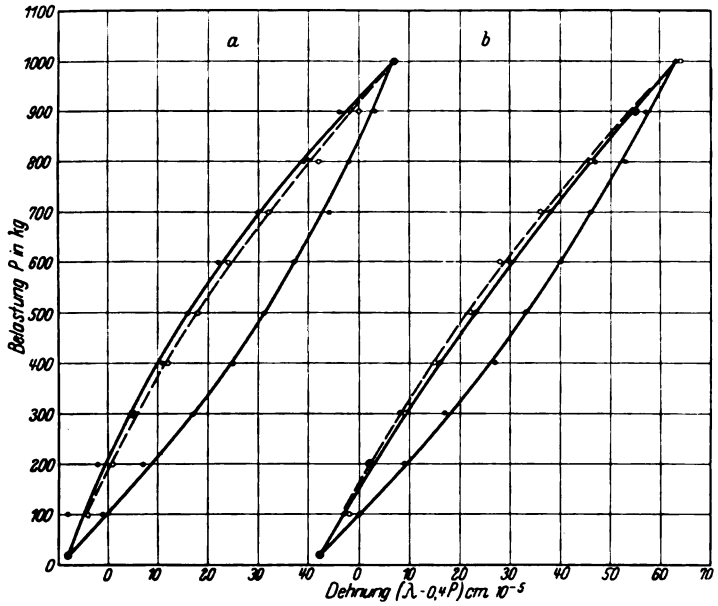


Abb. 7a und b. Hysteresisschleifen nach Ausscheidung der bleibenden Dehnungen.

die umgekehrt eingezeichnete Entlastungskurve, die sich mit der Belastungskurve ihrer ganzen Länge nach deckt. Die geringen Abweichungen von 1 bis 2 cm · 10^{-5} sind zu vernachlässigen, zumal sie einmal links, das

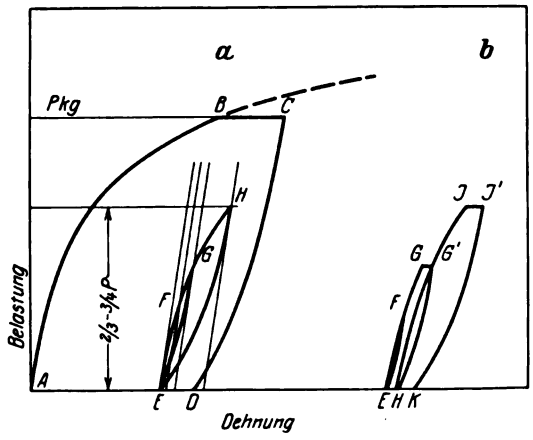


Abb. 8a und b. Belastungsschema zur Ermittlung elastischer Werte unter Ausscheidung der Nachwirkung.

andere Mal rechts von der Belastungskurve liegen, also als Zufälligkeiten zu betrachten sind. Sie sind auf die Unsicherheit der Lage des Anfangspunktes der Kurve zurückzuführen.

Die vorangehende Untersuchung hatte den Zweck, Zeitumstände und Belastungsbereiche zu ermitteln, bei welchen für alle Reckgrade die elastischen Werte vergleichbar, also durch Nachwirkungen nicht gestört sind. Es wurde gefolgert, daß zur Ermittlung von α_0 (Dehnungszahl bei einer unendlich kleinen Anfangslast) sowohl die Tangente im Fußpunkte als auch die mit ihr parallel verlaufenden Tangenten[1] in oberen Umkehrpunkten (falls die Schleifenbelastungen weniger als etwa $^2/_3$ bis $^3/_4$ der Recklast betragen) Verwendung finden kann und im folgenden auch in Anspruch genommen wurde, weil die kleinsten, nahe an Null liegenden Lasten immer Ungenauigkeiten in der Dehnungsmessung mit sich bringen. Für höhere Belastungen (bei denen α aus der Sehne errechnet wird) konnten die rückgängigen elastischen Werte nur aus den Entlastungskurven von solchen Schleifen entnommen werden, deren Höhe in Richtung der Ordinate im Diagramm auch nur etwa $^2/_3$ oder $^3/_4$ der vorangehenden Recklast beträgt. In Verfolgung der gewonnenen Erkenntnisse wurde das in Abb. 8a dargestellte Versuchsschema angewandt, d. h. nach einiger Auswirkung der Last P von B bis C, ferner nach Entlasten und beliebiger im Versuchsprogramm gewählter Auswirkung bei der Anfangslast von D bis E wurde eine elastische Schleife $EFGHE$ mit den Entlastungsstufen FE, GE, HE (die Anzahl der Entlastungsstufen ist beliebig) ermittelt, bei welcher gemäß den vorangehenden Erwägungen die in der Nähe des Punktes C auftretenden Nachwirkungseinflüsse ausgeschaltet sind. Es zeigten sich aber hin und wieder auch hier noch geringfügige plastische Reste infolge Liegenlassen der Probe im entlasteten Zustand nach der vorangehenden Reckung, die in Abb. 10b übertrieben bei GG', II' dargestellt sind, die aber auf den Verlauf der Entlastungen $G'H$ bzw. $I'K$ wegen ihrer Geringfügigkeit keinen praktischen Einfluß ausübten. Diese wurden während des Versuchs zur vollen Auswirkung gebracht, was meist nur einige Minuten in Anspruch nahm. In den Fällen, wo diese bleibenden Reste auftraten, wurden sie in der zeichnerischen Darstellung auf die Weise ausgeschaltet, daß die Fußpunkte E, H und K (Abb. 8b) zur Deckung gebracht wurden, wodurch dann wiederum der elastische Kurvenzug $EFGH$ der Abb. 8a entsteht, in welchem bleibende Dehnungen nicht angenommen wurden. Hierin sind, entsprechend den vorangehenden Versuchen, die Tangenten im oberen Ende an die Entlastungskurven in F, G, H parallel der Anfangstangente in E an die Belastungskurve.

Da bei der Anwendung von Feinmeßgerät die kleinen Dehnungsmessungen bei den beginnenden niedrigen Laststufen zu Ungenauigkeiten Anlaß geben, wurden zur Kontrolle und Mittelbildung bei den kommenden Versuchen die kleinen Entlastungsstufen an den Umkehrpunkten der Schleifen mit herangezogen, und zwar wurden sowohl diese als auch die untersten Belastungswerte bei jeder neuen Laststufe ermittelt, so daß eine große Anzahl Werte zur Mittelbildung für die erste kleine Last vorhanden war.

3. Einfluß von Belastung und Prüfreckung auf die Versuchswerte.

Es sei nun auf die Versuche im besonderen und auf die α-Auswertung eingegangen. Abb. 9a stellt, um eine Übersicht der Versuche zu geben, das Spannungs-

[1] Dies trifft nur bei gereckten, nicht aber, wie sich später herausstellte, bei gereckten und darauf getemperten Proben zu.

Digitized by Google

Dehnungsschaubild des Kupferzugstabes mit sämtlichen Entlastungspunkten dar, die mit 1 bis 36 bezeichnet sind. Da die Veränderlichkeit von α vermutlich innerhalb sehr enger Grenzen liegen dürfte und die Möglichkeit vorlag, daß ein System der Veränderlichkeit von α von Versuchsstörungen, Streuen der Werte u. dgl. überdeckt und daher unübersichtlich gemacht werden würde, war die Beachtung der Ergebnisse der vorbereitenden Versuche sehr notwendig. In der Auswertung wurde da, wo Berechtigung dazu vorhanden war, Gebrauch von Ausgleichslinien gemacht, um die Gesetzmäßigkeit hervortreten zu lassen und um die ausgeglichenen Werte für weitere Folgerungen in Rechnung zu setzen. Die Ermittlung des mit verschieden hoher Belastung veränderlichen α wurde, wie eingangs erwähnt, im Anschluß an die Praxis vorgenommen, in welcher immer mit den Versuchsprotokollen entnommenen λ-Werten[1] für alle Belastungsstufen und Reckgrade (36 Versuche) zusammengestellt, und unter b sind die einer Belastung von 100 kg entsprechenden Mittelwerte aus a (Lastintervall: 80 kg) die durch proportionale Umrechnung ermittelt wurden, eingetragen, um diese mit den unter c angegebenen Entlastungswerten (für 100 kg) vergleichen zu können. Die in Abb. 9b bis zur Belastung von 1000 kg ausgeglichenen Werte sind unter e eingetragen. Aus den Tangenten im Ursprungspunkt sämtlicher Ausgleichskurven in Abb. 9b wurden die Ursprungsneigungen derselben ermittelt und hieraus α_0 (für unendlich kleine Belastung) errechnet (Tab. 2, h). Aus den Sehnen zwischen entsprechenden Kurvenpunkten und dem Ursprungspunkt ergaben sich die α-Werte (Tab. 2, g) für die höheren Belastungen ($\alpha = \frac{\lambda}{l \cdot \sigma}$ für $l = 10$ cm).

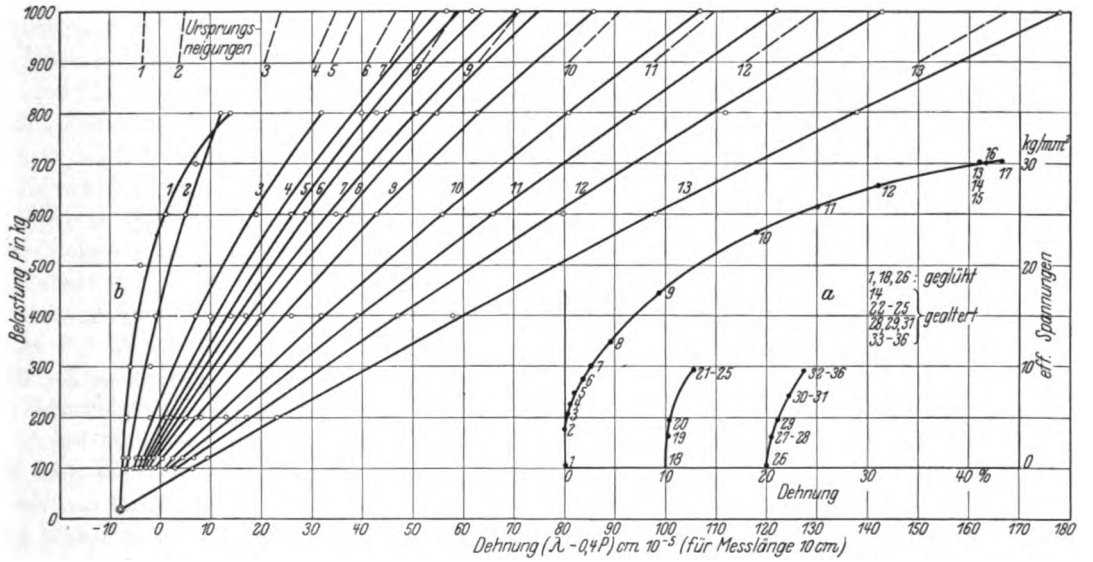


Abb. 9b. Elastische Dehnungskurven nach zunehmenden Reckungen. Abb. 9a. Spannungs-Dehnungsschaubild des Kupferstabes.

trächtlich über Null liegenden Belastungen geprüft wird. Das Gesetz der Veränderlichkeit von α bei verschiedenen Belastungen ist aber zugleich eine Kontrolle für den Wert des einer unendlich kleinen Last entsprechenden α-Wertes (α_0), der alsdann durch Extrapolation gefunden werden kann, und der als Kontrolle für den Wert dient, welcher mit Hilfe der Tangente im Anfangspunkt der aufsteigenden Kurve (und auch absteigenden) ermittelt wird.

In Abb. 9b sind die elastischen Dehnungskurven, deren Einzelwerte sich gemäß Abb. 8a aus rückgängigen Versuchswerten ergaben, für die untersuchten Reckgrade wiedergegeben. Es wurden die Differenzen ($\lambda - 0{,}4\ P$) für die gewählten Laststufen aufgetragen, um bei der sehr großen Empfindlichkeit der Darstellung genügend steile Kurven zu erhalten. Die Ausgleichslinien schlossen sich den Versuchspunkten sehr nahe an. Sie wichen nur bis zu 2 Versuchseinheiten, d. h. $2 \cdot 10^{-5}$ cm ab. Tab. 1 zeigt als Beispiel das Versuchsprotokoll für den Versuch Nr. 5. Die Gleichheit der Entlastungswerte an den oberen Umkehrpunkten (~ 45 cm 10^{-5} für 100 kg) ist daraus ersichtlich. In Tab. 2[1] sind unter a, c, d die aus

Die für die Berechnung von α erforderlichen Spannungen, bezogen auf den jeweiligen durch das Recken erreichten Querschnitt, finden sich in Tab. 2 unter f. Die Dehnungsmessungen begannen erst von einer geringen Anfangslast von 20 kg an, um anfängliche Störungen durch die beweglichen Teile der Stabeinspannung zu vermeiden.

Die Werte für α wurden für jeden Versuch in Abhängigkeit von der Spannung in Abb. 10 eingetragen. Die Verbindungslinien ergeben mit genügender Annäherung Gerade, d. h. α wächst proportional der Spannung. Die Abszisse wird von diesen Geraden in Punkten geschnitten, die dem Wert α_0 entsprechen und mit denjenigen Werten übereinstimmen müssen, welche aus den Anfangstangenten (Abb. 9 b) errechnet wurden. Den 13 Versuchen mit verschiedenen Reckgraden entsprechen 13 gerade Linien in Abb. 10. Die Neigungen der Geraden geben einen Maßstab für den Grad der Hysterese. Deutlich sichtbar wird dies an den in Abb. 7a und 7b dargestellten Schleifen der Versuche 5 und 6, die nach Vorreckungen von 1 bzw. 1,9% durchgeführt wurden. Die stärker gereckte Probe hat eine wesentlich flachere

[1] Die Zahlenwerte für die Stichversuche mit den gezogenen Kupferstangen sind in der Tabelle 2 nicht enthalten.

[1] Nur Entlastungswerte!

Digitized by Google

Tabelle 1. Versuch 5. Zustand: 1% gereckt, 24 St. gelagert, Meßlänge 10 cm, Querschnitt $F = 199{,}56$ qmm.

Zeit der Belastung Min.	Belastung kg	Ablesungen links $\frac{1}{50000}$ cm	Ablesungen rechts $\frac{1}{50000}$ cm	Ablesungen mittel $\frac{1}{100000}$ cm	Dehnung Zuwachs[1] $\frac{1}{100000}$ cm	Dehnung Zuwachs[1] $\frac{1}{100000}$ cm
0	20	0	0	0	—	
	100	13	23	36	36	
	200	39	44	83	—	
	100	17	22	39	—44	
13	20	0	1	1	—	— 82
15	20	0	1	1	—	
	100	12	26	38	37	
23	400	80	96	176	—	
26	400	81	97	178	—	
	300	59	74	133	—45	
30	20	0	4	4	—	—174
32	20	0	4	4	—	
	100	17	24	41	37	
38	600	126	146	272	—	
40	600	127	146	273	—	
42	600	127	146	273	—	
	500	106	123	229	—44	
46	20	0	7	7	—	—266
48	20	0	7	7	—	
	100	17	28	45	38	
52	800	172	199	371	—	
54	800	177	196	373	—	
56	800	177	197	374	—	
58	800	175	200	375	—	
60	800	175	200	375	—	
	700	155	175	330	—45	
65	20	0	12	12	—	—363
67	20	0	12	12	—	
	100	14	35	49	37	
72	1000	226	254	480	—	
74	1000	222	260	482	—	
76	1000	222	260	482	—	
	900	200	236	436	—46	
80	20	0	19	19	—	—463
82	20	0	19	19	—	
	1000	220	261	481	—	
	1100	245	292	537	—	
	1200	275	330	605	—	
88	1300	316	380	696	—	
90	1300	319	384	703	—	
93	1300	320	386	706	—	
	1200	299	364	663	(—43)[2]	
96	1300	322	389	711	—	
100	1300	325	390	715	—	
105	1300	326	392	718	—	
110	1300	326	394	720	—	
	1300	327	394	721	—	
116	1200	310	366	676	—45	
121	20	19	74	93	—	—628
147	20	19	74	93	—	

[1] In der letzten Spalte sind die Dehnungsunterschiede zwischen der größten und kleinsten Dehnung nach dem Entlasten angegeben.

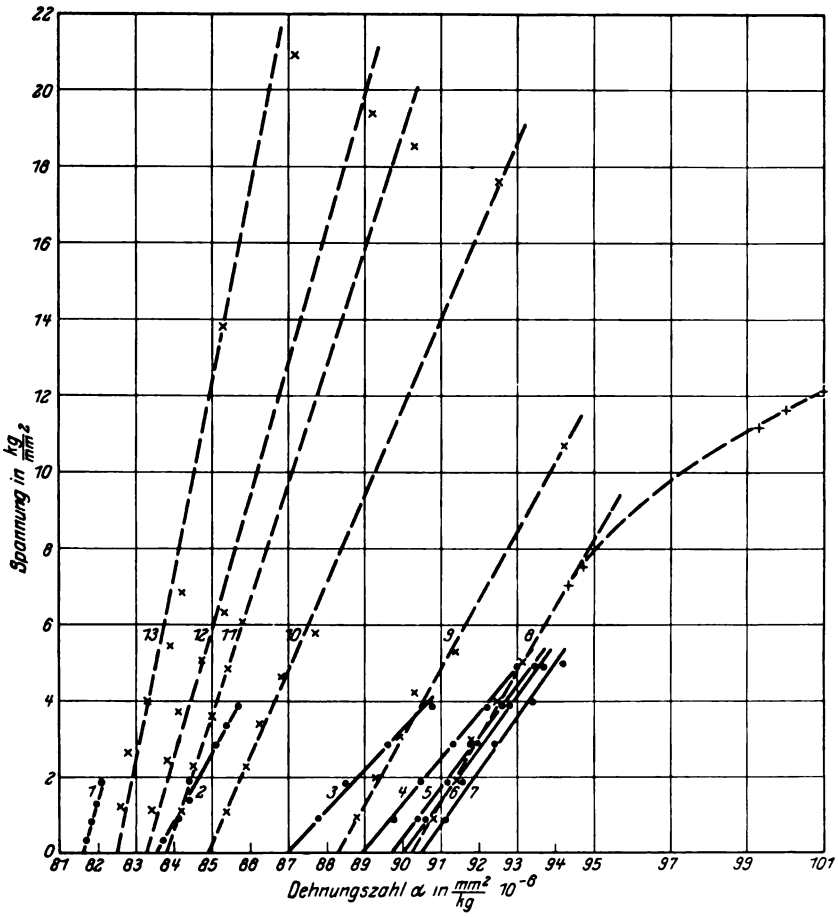


Abb. 10. Abhängigkeit der elastischen Dehnungszahl von der Spannung bei geglühtem und gerecktem Kupfer.

Schleife. Entsprechend verändern sich die Neigungen der Geraden 5 und 6 in Abb. 10.

Die kontinuierliche Veränderlichkeit der Richtungskonstanten der Linien 3 bis 13 ist aus Abb. 11a ersichtlich. Für die geglühte Probe wurden hier drei Neigungswerte, entsprechend den Versuchen 1, 18, 26 eingetragen, worauf später eingegangen wird. Die Linien in Abb. 10 verschieben ihre Lage zuerst nach rechts und dann wieder nach links. Es wächst also α für alle Belastungsspannungen zunächst mit der Reckung und nimmt dann wieder ab. Die Veränderlichkeit von α_0 mit dem Reckgrad ist in Abb. 11b dargestellt. Es sei darauf hingewiesen, daß der gegenseitige Abstand zweier Linien in Abb. 10 zum Teil nur einen Bruchteil eines Prozentes von α beträgt, und daß trotzdem Lage und Richtung festgelegt werden konnten. Die Bestimmung von α mit einer Genauigkeit von durchschnittlich 0,2% wurde durch die Ausgleichung in Abb. 9b erzielt. Die α-Werte in Abb. 10 wurden nur bis zu einer Belastung von rd. $^2/_3$ bis $^3/_4$ der jeweiligen Streckgrenze eingetragen. Geht man über dies Gebiet hinaus, so biegt die α-Linie stark nach rechts ab, d. h. die durch Entlastungen ermittelten α-Werte nehmen stark zu. Dies wurde in Abb. 10

[2] Nicht ausgewirkt.

Digitized by Google

nur für den Versuch 8 zur Darstellung gebracht. Diese α-Linie folgt aus der elastischen Dehnungskurve VII in Abb. 6a, die nach einer Auswirkungszeit von 86 Min. gemäß Abb. 4b und 5 aufgenommen wurde. Für die übrigen Versuche sind einige obere Werte in der Tab. 2 unter g angegeben.

4. Verhalten des gezogenen Werkstoffs beim Versuch.

Es wurden in gleicher Weise einige Stichversuche mit durch Düsen gezogenen Kupferstangen durchgeführt und hart- und halbhartgezogene mit geglühten verglichen. Die Veränderlichkeit von α mit der Spannung und dem Reckgrad zeigen entsprechend den früheren Versuchen 1 bis 13 die Abb. 12a bis c, aus denen α_0 für alle Reckgrade der drei Sorten entnommen werden kann. In Abb. 11c bis e sehen wir die Veränderlichkeit von α_0 der zwei verschieden hart gezogenen Stäbe im Vergleich mit dem geglühten. Bei dieser Darstellung ist versucht worden, den Ziehgrad, d. h. die Verringerung des Querschnitts der Kupferstangen in der Ziehdüse mit den Querschnittsverringerungen beim Recken in der Maschine in Einklang zu bringen; er wurde in Längsreckung umgerechnet und aufgetragen. Trotz der schon in der Ziehdüse erfolgten beträchtlichen Verformung tritt jedesmal infolge der Prüfreckung das Maximum von α wieder auf. Aber auch der nur in der Ziehdüse erzeugte Verformungsgrad scheint einen ähnlichen Verlauf von α hervorzubringen, wie die Kurve f (Abb. 11) erkennen läßt, die durch die Anfangspunkte der drei Kurven c, d, e geht, also keine zusätzlichen Prüfreckungen enthält.

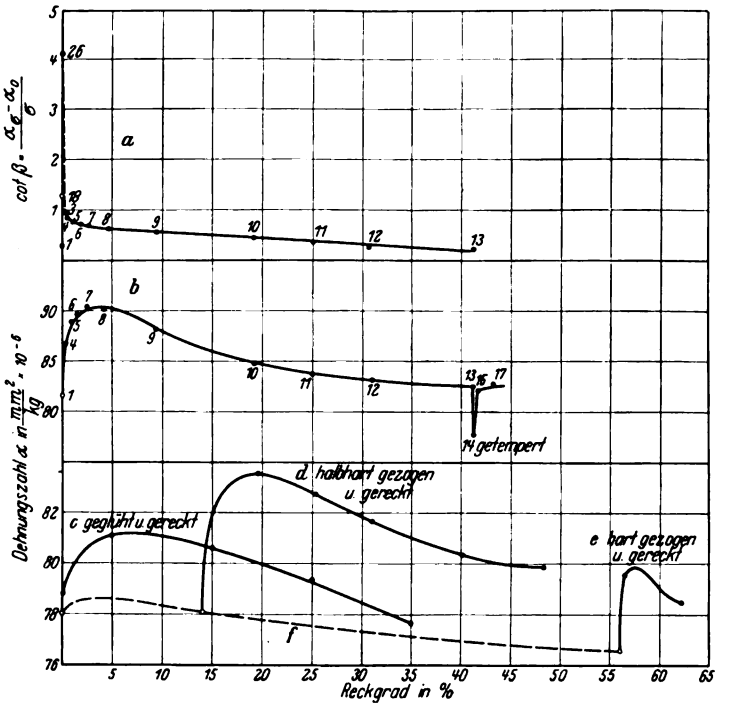


Abb. 11a. Kontinuierliche Veränderlichkeit der Richtungskonstante.
Abb. 11b bis f. Abhängigkeit der elastischen Dehnungszahl vom Reckgrad.

5. Veränderlichkeit der Versuchswerte nach dem Lagern, Tempern[1] und Glühen.

Im folgenden wird der Einfluß des Lagerns und der Wärmebehandlung auf die elastischen Eigenschaften behandelt. Bei den bisher beschriebenen Versuchen blieb die Probe nach erfolgter Reckung einen Tag lang liegen, bevor die elastischen Eigenschaften festgestellt wurden. Nimmt man den Versuch sofort nach erfolgter Reckung vor, so dürften etwaige Nachwirkungen zunächst verhältnismäßig schnell vor sich gehen und die Versuchsdauer von Einfluß sein. In der Tat zeigten sofort nach der Reckung vorgenommene Versuche ungleichmäßigere Werte als solche, die längere Zeit nach der Reckung erfolgten. In Abb. 13a sind die λ-Werte von vier verschieden gereckten Proben (Versuche 3 bis 6) gegenübergestellt, die je einmal sofort und dann nach Verlauf eines Tages geprüft wurden (vgl. Tab. 2. Die sofort ermittelten λ-Werte sind unter d eingeklammert). Durch das Lagern von 24 St. nahm λ und damit auch α ab, die Abnahme betrug im Mittel 1 bis 2%. Durch kurzes Lagern nach dem Recken traten auch häufig schon bei den kleinsten Laststufen wieder bleibende Reste auf (Abb. 13b), die aber, wie schon bei Behandlung der Abb. 8b erwähnt wurde, nach ihrer Ausscheidung auf die Entlastungswerte und somit auch auf α keinen weiteren Einfluß hatten.

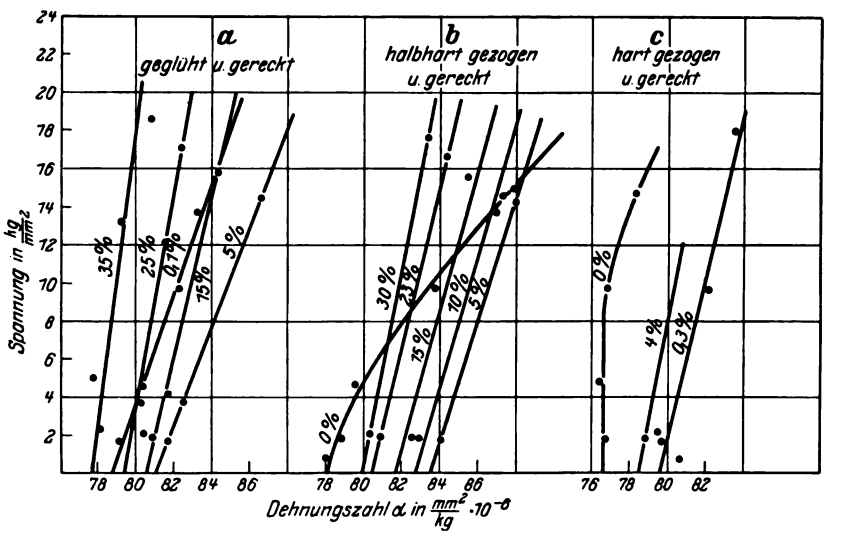


Abb. 12a bis c. Abhängigkeit der elastischen Dehnungszahl von der Spannung bei gezogenem Kupfer im Vergleich zum geglühten.

Einem längeren Alterungsprozeß wurde die Kupferprobe, nachdem sie bis 41,1% vorgereckt war, unterworfen, indem sie 12 Tage lang gelagert und je Tag rd. 7 St. auf 100° erwärmt (getempert) wurde. Hierdurch nahm α_0 um $5^1/_2$% ab (Versuch 14, Tab. 2, Abb. 14 und 11b) und die Probe folgte bis zur Belastung von

[1] Unter „Tempern" sei hier eine mehr oder weniger lange Erwärmung bei Wärmegraden verstanden, die unter der Rekristallisationstemperatur liegen.

Digitized by Google

Tabelle 2.

Versuch Nr.			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Reckgrad		%	Geglüht 400° 1 St.	0,0222	0,26	0,49	1,0	1,9	2,6	4,7	9,4	19,1	25,0	31,0	41,1	41,1	41,1 + 0,005	41,1 + 0,5	41,1 + 2,05	Geglüht 400° 1 St.
Querschnitt		qmm	201,44	201,44	200,93	200,31	199,56	197,81	196,07	192,36	184,09	169,26	161,00	153,70	142,7	142,7	142,7	142,0	141,4	124,89
Reckkraft		kg	—	800	1100	1250	1390	1690	1930	2347	3150	3940	4150	4260	4310	getempert	3140	4270	4310	—
Reckspannung		kg qmm	—	3.97	5.47	6.24	6,97	8.55	9,85	12.20	17.11	23,26	25,76	27,70	30,16	100° 70 St.	22.00	30,07	30,45	—
Bezeichnung	Entlastungsstufen kg von	bis	Belastung kg	Rückgängige Dehnungswerte für die Meßlänge 10 cm in cm · 10^{-5} bei nebenstehenden Belastungen:																
a	100	20	80	34 33 32 30 32 33 34 — — — Mittel: 32,6	32 34 — — — — — 33.0	34 36 — — — — — 35,0	38 36 35 36 36 35 35 36 35 35,4	36 35 35 36 37 37 38 37 37 36 36 36,0	37 37 37 38 37 36 35 35 34 35 36 36,1	36 37 38 37 — — 36,7	36 36 37 37 37 36 37 37 38 38 — 36,9	37 38 37 38 39 — 37,8	38 39 39 39 40 39 39,0	42 40 41 41 42 40 41 41 — — 41,0	44 43 43 44 41 43 42 45 — — 43,0	46 46 44 — — — 45,3	44 44 44 43 45 41 45 — — 43,7	43 45 44 43 — — 43,8	45 45 46 46 46 — 45,6	48 47 47 48 48 — 47,4	53 53 52 52 54 52 53,0
b	Mittel a bezog. auf 100			40,7	41,3	43,7	44,2	45,0	45,1	45,9	46,1	47,3	48,8	51,3	53,8	56,7	54,6	54,8	57,0	59,3	66,3
c	200	100	100	—	—	—	43 43	44 44 43	46 46 46 44	46 44	46	47	—	48	51	55	57 57	54	54	58	59	67 66 67
	300	200		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	400	300		—	—	—	45 44	45 45	45 44	46	47	49	51 50	52	55	56 57	54	55	57	59	66
	500	400		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	600	500		—	—	43	45 46	44 44	46 45	46	46	48	51	52	54	57	54	55	56	58	—
	700	600		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	800	700		—	42	42	44 45	44 45	45 45	45	47	48	51	52	55	57	56 56	56	58	58	—
	1000	900		—	—	42	43 44 43	45 45 46 44	46 46 44	46	47	49	51	52 53	54	59	56	57	57	59	—
	1100	1000		—	—	43 44 43 43	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300	1200		—	—	—	—	45	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500	1400		—	—	—	—	—	45	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1700	1600		—	—	—	—	—	—	46	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000	1900		—	—	—	—	—	—	—	—	49	—	—	—	57	59	—	57	—	—	—
	2700	2600		—	—	—	—	—	—	—	—	48	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3000	2900		—	—	—	—	—	—	—	—	—	52 50	52 53	55 55	57	59	—	—	—	—	—
	Mittel:			40.7	41,6	43,0	44,1	44,7	45,2	45,9	46,7	48,3	50,3	52,2	54,6	57,1	55,0	55,3	57,1	58,8	66,5
d	200	20	180	73	—	78	81 80	82 (83)	81 (84)	85	87	85	88	93	97	103	98	99	104	107	120
	300		280	114	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	194
	400		380	155	159	167 (172)	170 (178)	174 (177)	174 (180)	177	180	186	192	199	207	218	207	210	222	226	284
	500		480	196	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	600		580	241	245	259 (263)	266 (268)	266 (270)	269 (274)	275	277	283	296	306	320	338	316	323	339	345	—
	700		680	278	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	800		780	334	232	352 (346)	360 (361)	363 (367)	365 (371)	371	375	383	401	414	432	458	434	440	458	467	—
	900		880	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1000		980	—	—	453 (466)	457 (462)	463 460 465 457 468 463	464 (468) 464	471	—	486	507	522	543	578	550	557	579	588	—
	1100		1080	—	—	509	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300		1280	—	—	—	—	628	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500		1480	—	—	—	—	—	739	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1700		1680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000		1980	—	—	—	—	—	—	—	—	1011	—	—	—	1182	1161	—	1189	1207	—	—
	2350		2330	—	—	—	—	—	—	—	1222	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2700		2680	—	—	—	—	—	—	—	—	1410	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Digitized by Google

In Abb. 9b ausgeglichene Dehnungswerte in $cm \cdot 10^{-5}$:

e	100	20	80	32,4	32,2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	52,8
	200		180	73,0	75,1	78,5	80,4	81,5	82,5	83,6	84,9	86,9	90,8	94,2	97,6	104,0	—	—	—	—	120,5
	300		280	113,9	117,2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	194,0
	400		380	155,2	159,5	167,2	171,0	173,1	175,0	177,6	180,0	184,0	192,2	199,2	207,0	220,0	—	—	—	—	284,0
	500		480	197,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	600		580	241,0	245,1	258,0	263,8	266,5	269,0	273,2	276,5	283,0	295,9	306,0	318,0	338,0	—	—	—	—	—
	700		680	286,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	800		780	334,0	332,5	352,0	358,5	362,0	365,0	370,7	374,5	383,0	400,0	413,6	429,3	457,8	—	—	—	—	—
	1000		980	—	—	449,0	455,0	459,0	464,0	471,0	475,0	486,0	507,0	522,0	543,0	578,0	—	—	—	—	—

Spannungen σ in kg/qmm:

f	100	20	80	0,397	0,397	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,561	0,561	0,563	0,571	0,641
	200		180	0,893	0,893	0,895	0,897	0,902	0,911	0,918	0,935	0,978	1,063	1,118	1,170	1,260	1,260	1,260	1,266	1,286	1,442
	300		280	1,39	1,39	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	2,24
	400		380	1,89	1,89	1,89	1,89	1,90	1,92	1,94	1,97	2,06	2,24	2,36	2,47	2,66	2,66	2,66	2,67	2,71	3,04
	500		480	2,38	2,38	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	600		580	2,88	2,88	2,88	2,89	2,91	2,93	2,96	3,01	3,15	3,43	3,60	3,78	4,06	4,06	4,06	4,08	4,14	—
	700		680	3,37	3,37	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	800		780	3,88	3,88	3,88	3,89	3,91	3,95	3,97	4,05	4,24	4,61	4,84	5,07	5,46	5,46	5,46	5,49	5,57	—
	1000		980	4,87	4,87	4,88	4,89	4,91	4,96	5,00	5,09	5,32	5,78	6,08	6,37	6,87	6,87	6,87	6,89	6,99	—
	1100		1080	—	—	5,38	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300		1280	—	—	—	—	6,42	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500		1480	—	—	—	—	—	7,48	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1700		1680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000		1980	—	—	—	—	—	—	—	—	10,75	—	—	—	13,87	13,87	13,87	13,94	14,13	—
	2350		2320	—	—	—	—	—	—	—	12,10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2700		2680	—	—	—	—	—	—	—	—	14,55	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3000		2980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	17,60	18,50	19,38	20,88	20,88	—	—	—	—

Dehnungszahlen α in $qmm/kg \cdot 10^{-6}$:

g	100	20	80	81,7	83,7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	77,9	78,2	80,9	83,0	82,4
	200		180	81,8	84,1	87,8	89,8	90,4	90,6	91,1	90,8	88,8	85,4	84,2	83,4	82,6	77,8	78,6	82,2	83,2	83,6
	300		280	82,0	84,4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	86,8
	400		380	82,2	84,4	88,5	90,5	91,2	91,2	91,6	91,4	89,3	85,9	84,5	83,8	82,8	77,9	79,0	83,1	83,4	93,3
	500		480	82,9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	600		580	83,8	85,1	89,6	91,3	91,7	91,9	92,4	91,8	89,9	86,2	85,0	84,2	83,3	77,8	80,0	83,0	83,4	—
	700		680	84,9	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	800		780	86,2	85,8	90,8	92,2	92,6	92,8	93,4	92,5	90,3	86,8	85,4	84,7	83,9	79,6	80,6	83,4	83,8	—
	1000		980	—	—	92,0	93,0	93,7	93,7	94,2	93,1	91,4	87,7	85,8	85,3	84,2	80,1	81,0	84,1	84,2	—
	1100		1080	—	—	94,6	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300		1280	—	—	—	—	98,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500		1480	—	—	—	—	—	98,8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000		1980	—	—	—	—	—	—	—	—	94,2	—	—	—	85,3	83,8	—	85,3	85,4	—
	2350		2320	—	—	—	—	—	—	—	1010	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2700		2680	—	—	—	—	—	—	—	—	96,9	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3000		2980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	92,5	90,3	89,2	87,2	86,0	—	—	—	—

Dehnungszahl α_0 in $qmm/kg \cdot 10^{-6}$:

h			∞	81,6	83,5	86,9	88,9	89,7	90,0	90,5	90,2	88,3	84,9	83,8	83,3	82,5	77,8	78,0	82,3	82,8	81,6

Richtungskonstante $\operatorname{cotg} \beta = \frac{\alpha\sigma - \alpha_0}{\sigma}$:

i				(0,3)	(0,56)	0,94	0,84	0,76	0,72	0,70	0,64	0,56	0,44	0,34	0,28	0,22	—	—	—	—	—

Digitized by Google

Tabelle 2. (Fortsetzung.)

	Versuch Nr.		19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
	Reckgrad	%	0,03	0,34	2,74	2,74	2,74	2,74	2,74	Geglüht 650° 1 St.	0,5	0,5	1,01	2,15	2,15	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6
	Querschnitt	qmm	124,89	124,49	121,35	121,35	121,35	121,35	121,35	121,35	120,76	120,76	119,99	118,82	118,82	117,09	117,09	117,09	117,09	117,09
	Reckkraft	kg	400	600	1190	getempert				—	380	getempert	575 Get. 100° 24 St.	850	getempert	1140	getempert			
	Reckspannung	kg qmm	3,24	4,82	9,81	100° 24 St.	100° 74 St.	310° 1 St.	400° 1 St.	—	3,15	100° 24 St.	4,79	7,15	100° 24 St.	9,73	100° 1 St.	100° 12 St.	100° 24 St.	100° 74 St.
	Entlastungsstufen kg von	bis	Belastung kg	Rückgängige Dehnungswerte für die Meßlänge 10 cm in cm · 10^{-5} bei nebenstehenden Belastungen:																
a	100	20	80	55	(60)	61 59	57	57	57	59 56	57	58	57	58	60	58	60 59	59	59	59	57 56
				55	(60)	59 59	57	57	56	58 57	57	57	58	59	60	58	59 60	60	59	58	56 56
				55	(60)	59 59	57	57	56	58 57	53	57	57	59	60	—	59 60	58	58	57	57 57
				55	(59)	60 61	57	58	55	57 57	—	59	—	59	60	—	61	59	59	58	57
				—	(59)	60	57	58	57	—	—	59	—	59	59	—	—	58	58	57	—
				—	—	—	56	—	57	—	—	—	—	—	58	—	—	57	57	57	—
	Mittel:			55,0	(59,6)	59,7	56,7	57,4	56,3	57,4	55,7	58	57,3	58,7	59,5	58	59,7	58,5	58,3	57,7	56,6
b	Mittel x bezog. auf 100			68,8	(74,5)	74,7	70,8	71,8	70,4	71,8	69,6	72,5	71,7	73,4	73,4	72,5	74,6	73,1	73,0	72,1	70,8
c	200	100	100	65	(73)	75	73 73	73	74	72	69	77 78[1]	71	73	73	74	73	74	74	74	73
	300	200		67	(74)	74 75	74	74	75	75	73 74 72 73 73	77 78[2]	75	73	73	74	75	—	73	74	73
	400	300		66	(72)	74	74	75	75	73	—	—	72 71 73	—	74	75	75	75	73	74	73
	500	400		—	—	74	75	75	76	73	—	—	—	72	73	75	72	—	—	—	—
	600	500		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	71	73	74	73	74	75	73
	700	600		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	800	700		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	74	73	73	75	75
	1000	900		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1100	1000		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300	1200		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500	1400		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1700	1600		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000	1900		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2700	2600		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3000	2900		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	Mittel:			66,7	(73,4)	74,4	73,7	74,3	75,0	73,3	73,4	77,5	74,0	72,7	72,8	74,2	83,8	73,8	73,4	74,4	73,4
d	200	20	180	123	(135)	134	131	131	131	129	132	133 173[1]	131	132	133	133	135	133	133	131	131
	300		280	197	(213)	212	208	209	207	207	221	209 254[2]	212	209	210	211	212	209	207	208	207
	400		380	279	(293)	287	285	288	284	283	—	—	302	289	289	288	289	286	286	285	284
	500		480	—	—	367	364	366	364	361	—	—	—	373	367	369	366	363	362	364	363
	600		580	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	447	449	444	439	443	443	442
	700		680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	527	—	—	—	—
	800		780	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	610	603	606	609	602
	900		880	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1000		980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1100		1080	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300		1280	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500		1480	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1700		1680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000		1980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2350		2330	—		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Digitized by Google

	200		180	123,0	—	134,9	130,8	131,9	130,5	129,3	132,0	133,0	131,0	132,0	133,4	133,0	135,0	133,0	132,6	131,9	130,8
												171,5[1]								
	300		280	197,0	—	211,0	207,0	208,4	206,6	205,0	221,0	210,8	212,0	209,0	209,6	210,4	211,2	209,0	208,0	208,6	206,7
												254,0[2]								
e	400	20	380	279,0	—	288,3	285,0	286,8	284,5	282,5	—	—	—	289,0	287,5	289,2	288,9	285,0	285,0	285,0	284,1
	500		480	—	—	367,0	364,0	366,0	363,0	361,0	—	—	—	—	366,5	369,0	367,0	362,0	363,0	363,0	362,7
	600		580	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	447,0	449,3	446,0	439,0	441,9	443,0	441,6
	700		680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	527,2	518,6	522,6	524,6	522,0
	800		780	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	610,8	603,0	605,6	609,0	603,0
	1000		980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Spannungen σ in kg/qmm:

	100		80	0,641	—	0,659		—	—	—	—	0,663	0,663	0,666	0,673	0,673	0,683				
	200		180	1,442	—	1,482		—	—	—	—	1,492	1,492	1,500	1,515	1,515	1,537				
												1,905[1]									
	300		280	2,24	—	2,31	wie 21	—	—	—	—	2,32	2,32	2,33	2,36	2,36	2,39	wie 32			
												2,73[2]									
	400		380	3,04	—	3,13		—	—	—	—	—	3,15	3,17	3,20	3,20	3,25				
	500		480	—	—	3,95		—	—	—	—	—	—	4,00	4,04	4,04	4,10				
	600		580	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	4,88	4,88	4,95				
	700		680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5,81				
f	800	20	780	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	6,66	—	—	—	—
	1000		980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1100		1080	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300		1280	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500		1480	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1700		1680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000		1980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2350		2320	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2700		2680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3000		2980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Dehnungszahlen α in qmm/kg · 10^{-6}:

	100		80	84,3	—	90,8	86,5	87,4	86,3	85,6	84,4	87,5	85,9	86,2	87,4	86,2	87,2	85,5	85,4	84,4	83,4
	200		180	85,7	—	91,3	88,2	88,9	88,1	87,3	89,0	89,1	88,0	88,0	88,1	87,8	87,8	86,6	86,4	85,9	85,2
												90,0[1]									
	300		280	88,1	—	91,6	89,7	90,3	89,5	88,8	95,7	90,9	91,5	89,7	89,0	88,4	89,2	87,5	87,0	87,0	86,6
												93,0[2]									
	400		380	91,6	—	92,3	91,1	91,7	90,9	90,3	—	—	96,0	91,2	89,9	90,0	89,0	87,8	87,7	87,7	87,4
	500		480	—	—	93,0	92,2	92,7	91,9	91,4	—	—	—	—	90,7	91,0	89,5	88,4	88,6	88,6	88,5
	600		580	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	91,6	91,9	90,2	88,9	89,3	89,6	89,2
	700		680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	90,8	89,3	90,0	90,3	89,9
g	800	20	780	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	91,8	90,7	91,0	91,5	90,6
	1000		980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1100		1080	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1300		1280	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	1500		1480	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2000		1980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2350		2320	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	2700		2680	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	3000		2980	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Dehnungszahl α_0 in qmm/kg · 10^{-6}:

h		∞	83,6	—	90,4	85,0	86,0	84,9	81,2	81,6	86,2	84,0	84,3	86,2	84,7	86,6	84,4	84,3	82,9	81,6

Richtungskonstante cotg $\beta = \frac{\alpha\sigma - \alpha_0}{\sigma}$:

i			—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

[1] Für Laststufe 250 bis 20 kg. [2] Für Laststufe 350 bis 20 kg

Digitized by Google

4 kg/qmm dem Hookeschen Gesetz, d. h. α blieb konstant. Nach verschwindend kleiner plastischer Reckung von 0,005% (Versuch 15, Tab. 2 und Abb. 14) ging die

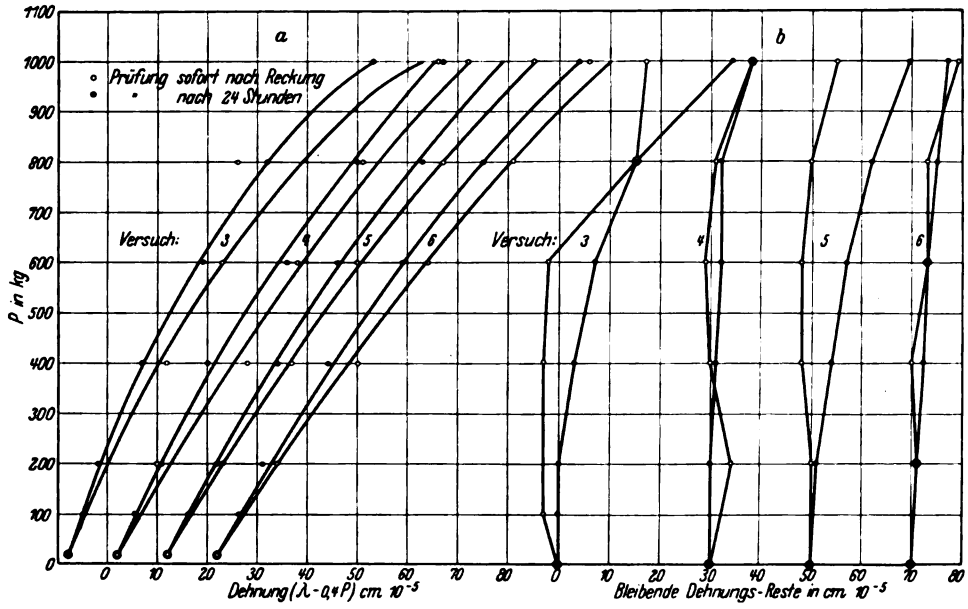


Abb. 13a und b. Einfluß des Lagerns auf die Dehnungswerte.

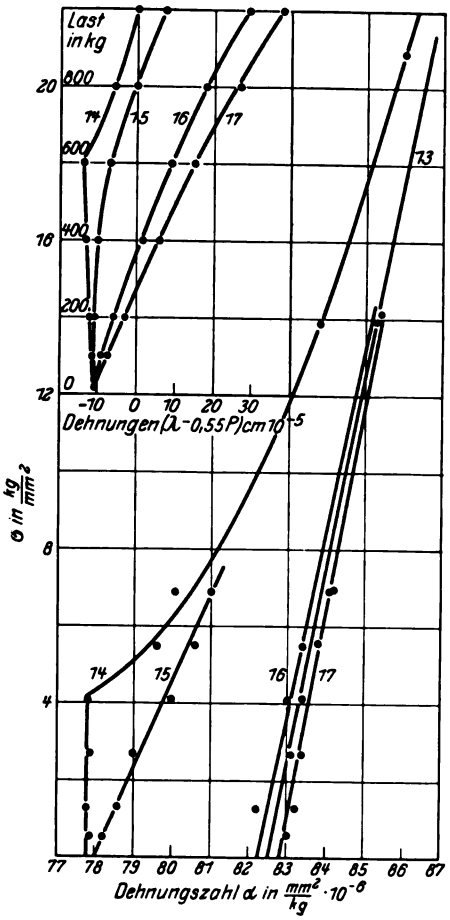


Abb. 14. Einfluß des Temperns auf die Dehnungen und die Dehnungszahl.

Proportionalität der Dehnungen wieder verloren, und Hysterese trat schon bei geringsten Lasten ein, d. h. aus der senkrechten α-Linie wurde eine geneigte. Hierauf wurde die Probe um 0,5% (Versuch 16) und um weitere 1,55% (Versuch 17) gereckt. Durch das Recken erfolgte wie früher eine Zunahme von α. Dieses konnte durch weiteres Recken nicht höher gesteigert werden, als das α der um 41,1% gereckten und nicht getemperten Probe ursprünglich betrug. Dieser Wert, der schon bei 0,5% Reckung fast vollständig erreicht war, konnte bei weiterer Reckung bis 2,05% kaum noch gesteigert werden (Abb. 14 und 11b). Die sehr kleine Reckung von 0,005% genügte also, um die durch das Altern hervorgerufene Hookesche Gesetzmäßigkeit wieder zum Verschwinden zu bringen, während die kleine Reckung von 0,5% den Einfluß des Temperns wieder vollständig aufhob.

Der Kupferstab wurde hierauf, nachdem er also bis 41,15% gereckt worden war, noch einmal bei 400° geglüht (Versuch 18), dann bis 2,74% in zwei Stufen gereckt und mit zunehmender Zeitdauer und Temperatur getempert (Versuche 19 bis 25, Abb. 15 und 16). Aus der Annahme heraus, daß die erste Glühung des angelieferten (gezogenen, mithin schwach verformten) Kupferstabes keine vollständige Erweichung hervorgerufen hatte, wurde der Stab nunmehr nach einer Reckung von 2,74% bei 650° geglüht (Versuch 26)[1]. Die Resultate aller drei Glühungen waren verschieden, wie aus Abb. 17a (Dehnungsdiagramm) und Abb. 17b (α-Werte bei zunehmender Spannung) deutlich hervorgeht. Wenn auch mit der Zunahme der Belastungen die α-Werte bei den drei Versuchen immer mehr voneinander abweichen, so vereinigen sich doch alle drei Linien in $\alpha_0 = 8{,}16\ \text{qmm/kg} \cdot 10^{-5}$, d. h. für das bei unendlich kleiner Belastung ermittelte α_0 waren auch die erste und zweite Glühung gleichwertig mit der dritten Glühung bei 650°. Es entsteht nun die Frage, ob es überhaupt möglich ist, diesen scheinbar ausgezeichneten Wert α_0 für den geglühten Stoff einwandfrei zu bestimmen; denn wir wissen, daß α_0 nur durch Extrapolation gefunden werden kann und daß die Versuchswerte, aus denen α_0 extrapoliert wird, unter Belastungen beobachtet werden, bei denen schon bleibende Reste auftreten. Und wir wissen weiter, daß schon nach den geringsten plastischen Verformungen (vgl. Abb. 11b) α unverhältnismäßig schnell wächst, also immer zu groß ermittelt wird. Um eine sinngemäße Extrapolation zu ermöglichen, wurde folgendermaßen vorgegangen: Die geglühte Probe erhielt zunächst keinerlei Vorbelastung. Jeder Belastungsstufe beim Versuch ging mithin nur die vorangehende Be-

[1] Nach R. Karnop und G. Sachs (Z. Physik Bd. 42. S. 283—301. 1927) tritt nach 2,7% Reckung die Rekristallisation bei ∼ 600° ein, während bei Reckungen über 5% nur ∼ 350° benötigt werden.

Digitized by Google

lastungsstufe voraus, die jedesmal geringer war als die eigentliche. Das Versuchsschema ist aus Tab. 3 ersichtlich. Es entsprechen bei diesem Versuchsverfahren die Versuchswerte zwar nie dem geglühten Stoffe, sondern immer dem schon geringfügig durch die vorangehende Belastungsstufe gereckten Stoffe. Da aber unter diesen Bedingungen bei unendlich kleinen Lasten auch die vorangehende Vorlast, also auch die Reckung, unendlich klein ist, so strebt die gefundene α-Linie dem wirklichen α_0-Wert zu, d. h. die Extrapolation ergibt den richtigen Wert für α_0 des geglühten Stoffes.

Die Probe wurde dann in vier Stufen bis 3,6% gereckt und bei verschiedener Zeitdauer getempert, worüber die Tab. 2 und die Abb. 15 und 16 Auskunft geben.

in Verbindung mit ihr auftreten oder solche ausgeschieden worden sind, sei sie „rein" genannt) hat mit der reinen Elastizität die vollständige Rückgängigkeit gemeinsam. Die Be- und Entlastungskurve schließt jedoch eine Fläche ein, deren Inhalt einen Maßstab für einen verbrauchten Arbeitsaufwand darstellt. Be- und Entlastungskurven verlaufen auch, wie an Hand der Abb. 7a und b gezeigt wurde, wenigstens sehr angenähert, nach demselben Krümmungsgesetz. Dieses Gesetz drückt sich in der für alle Reckgrade gefundenen Proportionalität zwischen α und σ aus (Abb. 10), und die Neigung der Geraden $\cot \beta = \frac{\alpha_\sigma - \alpha_0}{\sigma}$ wird bei zunehmender Reckung mit abnehmender Hysterese steiler (Abb. 11a). Diese Bedin-

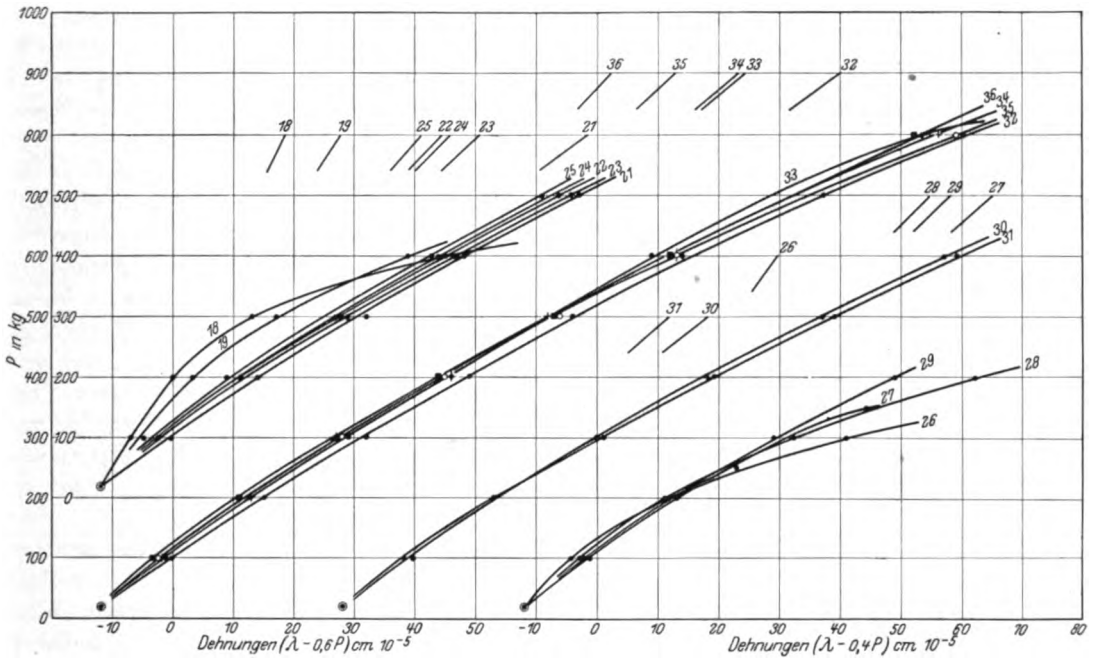


Abb. 15. Elastische Dehnungskurven des Kupferstabes nach verschiedener Vorbehandlung.

Tabelle 3. Rückgängige elastische Dehnungswerte in cm · 10^{-5} unter den nebenstehenden Belastungen und nach den übergeschriebenen Vorbelastungen.

Belastung kg	100	200	300	400	500	600	700
200	73	—	—	—	—	—	—
300	—	114	—	—	—	—	—
400	—	—	155	—	—	—	—
500	—	—	—	196	—	—	—
600	—	—	—	—	241	—	—
700	—	—	—	—	—	287	—
800	—	—	—	—	—	—	334

II. Ergebnisse.

1. Veränderlichkeit der elastischen Eigenschaften.

Es ist die Erkenntnis von Bedeutung, daß bei Kupfer sowohl reine Elastizität, welche dem Hookeschen Gesetz folgt, als auch Hysterese erscheint. Während erstere nur am stark verformten (41,1% gereckten) und darauf getemperten Stoffe beobachtet wurde (Abb. 14), ist die Hysterese ein Kennzeichen eines lediglich verformten Werkstoffes. Die reine Hysterese (sobald keine bleibenden Reste

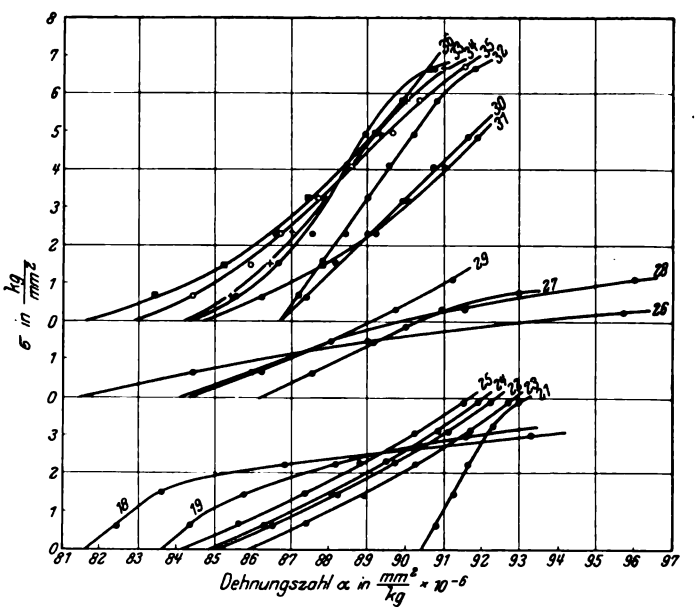


Abb. 16. Abhängigkeit der elastischen Dehnungszahl von der Spannung nach verschiedener Vorbehandlung.

Digitized by Google

gungen reiner Hysterese wurden in einem Belastungsgebiete erfüllt, welches $^2/_3$ bis $^3/_4$ der jeweiligen, durch Vorrecken erzeugten Streckgrenze betrug (vgl. Abb. 6a und 10, Versuch 8).

Im Gebiet zwischen dieser Grenze und der Streckgrenze wurden die Dehnungskurven durch bleibende Reste, die sich auch nach oftmaligem Belasten bis zur Streckgrenze immer wieder einschlichen (Abb. 6a), im Sinne stärkerer Krümmung verändert, so daß Ent- und Belastungskurven keinen gleichartigen Krümmungsverlauf mehr erkennen lassen. Auch die Kurve der federnden Dehnungen nimmt eine stärkere Krümmung an, so daß auch α (Abb. 10, Versuch 8) in diesem Gebiete mehr als proportional mit σ zunimmt. Wiederkehrende Gesetzmäßigkeiten der elastischen Erscheinungen, die im Zusammenhang mit der Belastung und Verformung auftreten, lassen sich daher nur im Gebiete reiner Hysterese feststellen, weil oberhalb dieses Gebietes unübersehbare Störungen plastischer Natur auftreten.

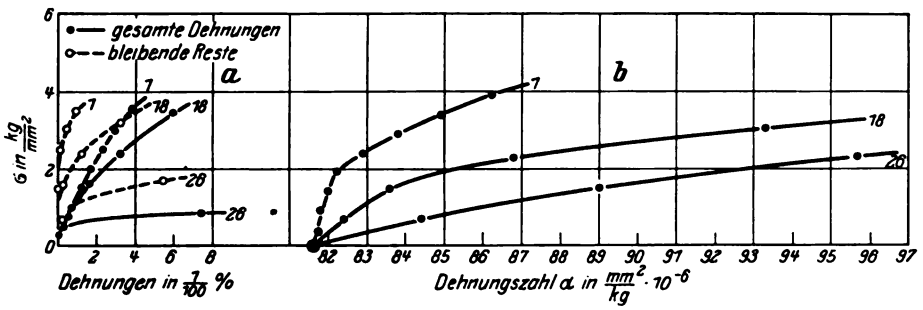


Abb. 17a. Dehnungskurven nach 3 verschiedenen Glühungen. Abb. 17b. Abhängigkeit der elastischen Dehnungszahl von der Spannung nach 3 verschiedenen Glühungen.

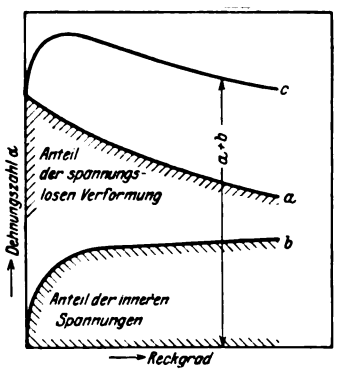


Abb. 18. Einfluß der Verformung und der inneren Spannungen auf die elastische Dehnungszahl,

Der Einfluß des Kaltreckens zeigte sich innerhalb des Gebietes reiner Hysterese darin, daß

1. α_0 (oder α bei gleich hohen Belastungsspannungen) mit dem Reckgrade veränderlich wurde und vornehmlich zwischen 3% und 41% vorangegangener Reckung abnahm (Abb. 11b);

2. α mit der Belastungsspannung proportional, aber je nach dem Grade der vorherigen plastischen Verformung verschieden stark anwuchs (Abb. 10). Diese beiden Erscheinungen, a) die Verminderung von α mit der Verformung und b) die Vergrößerung mit der Spannung, scheinen sich etwa nach Abb. 18 zu der Kurve c zu summieren, deren Gestalt nach Abb. 11b den Versuchsergebnissen entspricht. Diese Veränderlichkeit von α tritt nur in gleichzeitiger Verbindung mit Hysterese auf, die zuerst stärker als die Reckung, dann (von 3 bis 41% Reckung) etwa proportional der Reckung abnahm (Abb. 11a).

Wir haben es allem Anschein nach mit vorgetäuschten Elastizitätserscheinungen zu tun, sobald ein Stoff kalt gereckt worden ist. Ein gereckter Stab beherbergt verborgene Spannungen, die mit der Verformung naturgemäß zunehmen. Diese verborgenen Spannungen dürften den Anteil der Kurve b in Abb. 18 erzeugen. Die zunächst noch unübersehbar versteckten Spannungseinflüsse täuschen Elastizitätszahlen vor, die dem Stoffe eigentlich nicht entsprechen. Durch Tempern werden diese Spannungen beseitigt oder vermindert, ohne daß die Festigkeitseigenschaften leiden[1] (vgl. Abb. 9a, Versuche 13 bis 17) und α wird um einen entsprechenden Anteil, den die beseitigten Spannungen hervorriefen, erniedrigt (vgl. Versuche 14, 22, 28, 31, 33; Tab. 2 und Abb. 11b, 14, 16). Gleichzeitig gewinnt, wenigstens wenn sehr starke Reckungen vorangingen, das Hookesche Gesetz für den neuen Zustand Gültigkeit, so daß die Annahme naheliegt, daß Hysterese durch verborgene Spannungen hervorgerufen wird, die ihrerseits ja nur bei plastischer Verformung entstehen. In der Tat werden nach dem Tempern durch erneutes, äußerst geringes Recken um 0,005% (Versuch 15, Abb. 14) die Spannungen wieder hervorgerufen, und die Hysterese erscheint sofort wieder. Durch weiteres Recken um 0,5% (Versuch 16) nahm auch α wieder merklich zu, aber nur so lange, als der Grad der Verformung, welcher ja verringernd auf die Größe von α wirkt, nicht überwiegt. Bei weiterem Recken um 1,55% (Versuch 17) war demnach α nicht mehr über seinen ursprünglichen Wert, den es bei Versuch 13 bei einer Reckung von 41,1% erreichte, zu steigern (Abb. 11b). Wäre die Veränderlichkeit von α nach Abb. 18c lediglich eine Folge reiner Verformung, so dürfte der in der Düse gezogene Stoff, da seine durch Ziehen hervorgerufene Verformung schon weiter vorgeschritten ist, als der Lage des Maximums von α in Abb. 11b bzw. 18c entspricht, bei weiterem Recken in der Prüfmaschine nicht noch einmal ein Maximum überschreiten. Entsprechend Abb. 11d und e erschien aber doch ein Maximum. Halbhart- und hartgezogene Kupferstäbe verhielten sich unter dem Einfluß der in der Prüfmaschine erlittenen Reckspannungen dem Wesen nach genau so wie geglühte, d. h. sie überschritten von neuem ein Maximum von α.[2] Die durch das Prüfrecken erzeugten inneren Spannungen sind mithin wirkungsvoller in bezug auf die Veränderlichkeit von α als diejenigen, die durch das Ziehen dem Stoffe zugeteilt wurden (vgl. Abb. 11f). Es dürfte hiermit geklärt sein, daß nicht die reine Verformung allein die Veränderlichkeit von α hervorruft, sondern in Verbindung mit den hierbei verbleibenden inneren (ver-

[1] E. Heyn: Mitt. Materialpr.-Amt 1917; G. Masing und C. Haase: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. III/2, S. 22—38. 1924.

[2] Es sei darauf hingewiesen, daß auch der Bauschingereffekt sich in einem größten Abfall der E-Grenze bei geringen Reckgraden äußert, wie die inzwischen ausgeführten Versuche von G. Sachs zeigen (Z. V. d. I. Bd. 71, S. 1151 16. 1927; Z. Physik Bd. 45, S. 776 96. 1927).

Digitized by Google

borgenen) Spannungen. Daß aber die reine Verformung an sich auch eine Verringerung von α verursacht, geht aus Versuch 14 (Abb. 11b) hervor, wonach durch das Tempern, also nach Beseitigung der Spannungen, in der um 41,1% gereckten Probe α_0 noch wesentlich kleiner als das α_0 der geglühten Probe wurde (4,6%)[1], während das α_0 der drei verschieden geglühten Proben (1, 18, 26) konstant blieb. (Abweichungen $\pm$ 0%.)

Schwach verformte Proben (2,74%; 0,50%; 1,01%; 2,15%; 3,60% Reckung; vgl. Versuche 22, 28, 29, 31, 33; Abb. 16) weisen nach dem Tempern kein oder ein sehr kleines Gebiet reiner Proportionalität auf. Die α-Linien zeigen aber im Gegensatz zu denjenigen der gereckten

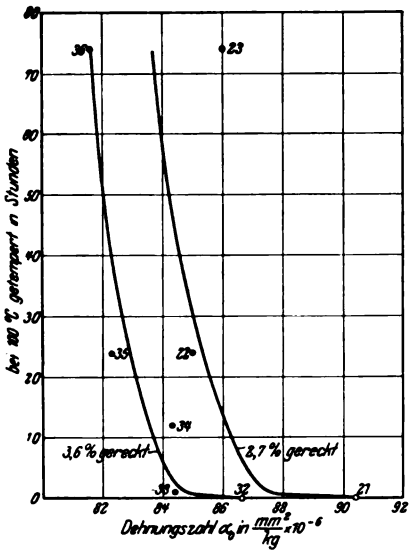


Abb. 19. Abnahme der elastischen Dehnungszahl mit der Zeitdauer des Temperns.

In Abb. 20 sehen wir die Abnahme von α_0 mit der Höhe der Temperatur, mit welcher getempert wurde (Versuche 21 bis 26; Abb. 16). Die Zeitdauer des Temperns bzw. des Glühens betrug bei den Temperaturen 310°, 400°, 650° 1 St. Für 100° wurde der Wert, der einer Stunde entspricht, aus Abb. 19 abgegriffen.

Aus Abb. 19 und 20 geht hervor, daß schon bei einer Stunde Tempern eine bedeutende Wirkung erreicht wird, und daß die Wirkung mit der Zeit noch allmählich zunimmt, und daß man bei geringerer Zeit eine größere Wirkung erzielt, wenn man die Temperatur möglichst hoch wählt, aber unter der Rekristallisationstemperatur bleibt. Die schraffierte Fläche (Abb. 20) deutet dann die gesamte Veränderungsmöglichkeit von α_0 mit der Temperaturhöhe und der Zeitdauer bei einer um 2,74%

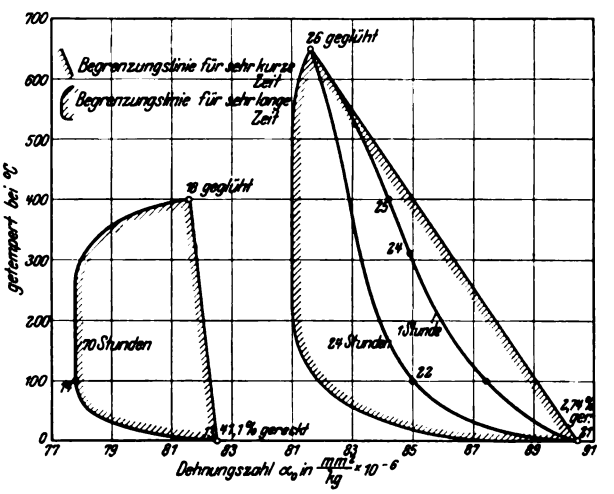


Abb. 20. Abnahme der elastischen Dehnungszahl mit der Höhe der Temperatur, bei der getempert wurde.

Proben sämtlich die nach oben offene, charakteristische Kurvenform, die auch bei der um 41,1% gereckten und getemperten Probe (Versuch 14) oberhalb des Gebietes der Proportionalität zu finden ist. Der Veränderung des Krümmungsgesetzes der Hysteresisschleifen bei getemperten Proben ist es auch zuzuschreiben, daß Anfangstangente und Umkehrtangente nun nicht mehr parallel verlaufen (vgl. die α-Werte der getemperten Proben in Tab. 2 unter b und c). Es scheint, daß bei kleinen vorangegangenen Reckungen durch das Tempern die inneren Spannungen nicht leicht vollständig beseitigt werden können.

Um die Intensität des Temperns klarzustellen, wurden Proben verglichen, die einmal bei derselben Temperatur aber verschiedener Zeitdauer, das andere Mal bei verschiedener Temperatur gelagert wurden. Abb. 19 zeigt an zwei Beispielen die Abnahme von α_0 mit der Zeitdauer des Temperns (Versuche 32 bis 36 und 21 bis 23; vgl. auch Abb. 16). Es scheint für die Versuchsergebnisse nicht gleichgültig zu sein, ob man nach dem Abkühlen die Probe noch längere Zeit kalt lagern läßt oder nicht. Eine längere Lagerung nach dem Erkalten scheint den Wert von α wieder zu vergrößern. Dies war bei Versuch 23 der Fall, welcher trotz längerer Temperung ein etwas größeres α ergab als Versuch 22.

[1] Dies stimmt nicht mit der Ansicht von Körber und Rohland überein, wonach durch das Tempern einer gereckten Probe das α der geglühten Probe wieder erscheint (a. a. O.).

gereckten Probe an. Abb. 20 gibt außerdem dasselbe Diagramm für die um 41,1% gereckte Probe wieder. Nach der Lage der α-Linien in Abb. 16 ist aber die Wirkung des Temperns auf die α-Werte, die bei geringer Belastungsspannung ermittelt werden, viel größer als auf diejenigen, die bei höherer Belastung ermittelt werden.

Ähnliches fällt bei den drei Glühungen auf (Versuche 1, 18, 26). Die angelieferte, also in der Düse gezogene, ferner die um 41,1% und die um 2,74% gereckte Probe waren bei 400° bzw. 400° bzw. 650° 1 St. lang geglüht worden. Die Glühtemperatur lag jedesmal über der Rekristallisationsgrenze. Nach Abb. 17b war für α_0 bei allen drei Versuchen die Wirkung schon erreicht worden, obgleich die bei höheren Spannungen ermittelten α-Werte gänzlich auseinanderfielen, weil bei Versuch 1 und 18 noch nicht der volle Grad der Erweichung (vgl. Abb. 17a) erreicht war wie bei Versuch 26.

In Abb. 21 finden wir eine Übersicht der Veränderlichkeit von α mit der Reckung, Versuchsspannung und Temperung. Den Verlauf von α mit zunehmender Reckung zeigen Kurven r und r'. Bei r' war die vorangehende Erweichung durch das Glühen vollständiger als bei r. Die Linienzüge t geben die Veränderung von α an, welche durch die auf das Recken folgende Temperung mit 100° bei 24 St. Dauer erreicht wurde. Die Indizes 0 bis 4 entsprechen den Versuchsspannungen,

Digitized by Google

bei welchen α ermittelt wurde. Bei 41,1% Reckung fallen t_0 und t_1 bis t_4 zusammen, was bedeutet, daß Konstanz der α-Werte bis zur Spannung 4 kg/qmm vorhanden ist, und das Hookesche Gesetz infolgedessen Gültigkeit hat. Aus dem Diagramm kann entnommen werden, daß das Hookesche Gesetz nur nach großen Reckungen und darauffolgendem Tempern in Kraft treten kann, und daß dasselbe, wie aus der Kontinuität der Kurven hervorgeht, wahrscheinlich nur einen Grenzfall geringster Veränderlichkeit von α mit der Versuchsspannung darstellt.

Drei Zustände, Verformen, Tempern (Altern) und Glühen, erzeugen demnach gänzlich verschiedene Elastizitätszahlen. Hinzu kommt die Veränderlichkeit derselben mit der Versuchsbelastung. Als wiederkehrende feststehende Zahl wurde nur die Dehnungszahl α_0 des geglühten Stoffes gefunden, wobei es gleichgültig ist, in welchem Maße der Stoff vorher verformt war.

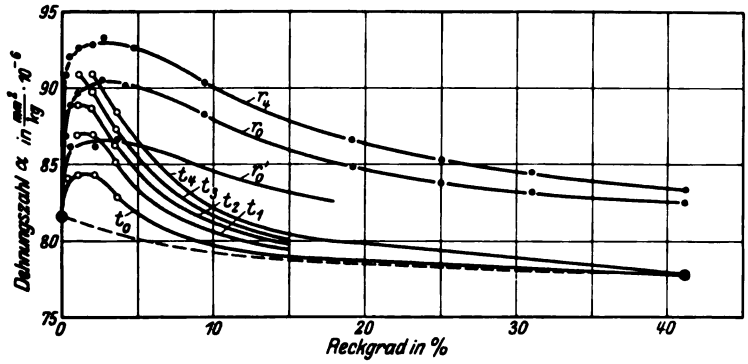


Abb. 21. Übersicht der Veränderlichkeit der elastischen Dehnungszahl in Abhängigkeit von der Reckung, der Versuchsspannung und der Temperung. τ: gezogen, 400° geglüht, gereckt und 24 Stunden gelagert; τ': 2,74% gereckt, 650° geglüht, gereckt und 24 St. gelagert; t: gereckt und 24 St. getempert; Index 0 bis 4 = Versuchsspannung in kg/mm².

2. Schlüsse für die Versuchsführung und Praxis aus der Veränderlichkeit der elastischen Eigenschaften.

Es wurde bisher erwogen, welchen Einflüssen die elastische Dehnungszahl α unterliegt, und es soll weiterhin erörtert werden, wie solche Einflüsse bei der Versuchsführung unübersehbar zur Geltung kommen können. Die starke Einwirkung allerkleinster Reckungen auf den Bestand von α wurde hervorgehoben.

Hat man einen geglühten Werkstoff zu untersuchen und treten schon bei sehr kleinen Lasten bleibende Reste ein, so pflegt man durch eine Vorbelastung diese auszuschalten, um nach hergebrachter Anschauung die E-Grenze zu erhöhen. Man hat dann die bleibenden Reste beseitigt, aber die Hysterese hervorgeholt. Durch die Vorbelastung ist eine kleine Reckung erzeugt worden, und wenn es sich um Kupfer handelt, dürfte die Zahl α_0 sich dadurch schon um mehrere Prozent gegenüber dem α_0 des gänzlich unverformten Stoffes verändert haben (bei 0,26% Reckung = rd. 6% Zunahme von α_0). Es ist zudem bei der statischen Ermittlung nicht möglich, die Dehnungszahl des ausgeglühten Kupfers festzustellen, da wir bei jeder Belastung den bereits gereckten Stoff untersuchen, und da mit der Belastung die Reckung zunimmt, wächst auch α entsprechend mit der Belastung. (Bei einer Belastungsspannung von 1 kg/qmm etwa 5% bei Versuch 26, Abb. 27). Da nur α_0 als Eigenschaftswert für den geglühten Stoff in Frage kommt, ist es notwendig, α_0 durch Extrapolation zu finden. Geglühte Proben fallen nicht gleichwertig aus, wenn man die Glühtemperatur nicht der vorangegangenen Verformung entsprechend wählt. Wie aber die Versuche 1, 18, 26 in Abb. 17b zeigen, ist gerade der α_0-Wert unempfindlich gegenüber dem Grad der Glühung, so daß für den geglühten Stoff α_0 ein einwandfreies Ergebnis liefern kann. Die Ermittlung von α_0 ist aber nur unter äußerst genauen Messungen bei verschiedenen stufenweise ansteigenden Belastungen unter Berücksichtigung der Nachwirkungserscheinungen und alsdann durch Extrapolation zu erreichen.

Verformte und nicht getemperte Werkstoffe auf ihre Elastizität hin zu prüfen, erscheint völlig zwecklos; denn einmal ist die Veränderung von α_0 mit der Kaltverformung wegen der unübersichtlichen und veränderlichen Spannungseinflüsse nichts Festliegendes, und weiterhin erzeugt die Hysterese eine starke Veränderung von α mit der Prüfspannung, die eine zusätzliche Störung bedeutet. Außerdem wirkt noch die Dauer einer Ablagerung in gänzlich unübersehbarer Weise auf die Ergebnisse ein.

Das Tempern oder Ablagern beseitigt diese unübersehbaren Einflüsse, soweit es sich um wenig verformte Werkstoffe handelt, nur zum Teil. Die der reinen Verformung zugehörigen Elastizitätseigenschaften scheinen durch das Tempern nur bei sehr stark verformten Werkstoffen hervorzutreten. Da bei solchen nach dem Tempern α mit der Belastung konstant bleibt, so ist auch die statische Ermittlung von α sehr einfach, unter der Voraussetzung, daß die vorhandene, meist sehr niedrig liegende Grenze reiner Elastizität nicht unvorsichtigerweise überschritten wird; denn die geringste plastische Reckung würde die Unveränderlichkeit von α mit der Belastung zunichte machen.

Nur zwei Zustände sind daher einwandfrei zu untersuchen, weil sie keine störenden inneren Spannungen aufweisen: Erstens, die vollständig geglühte Probe in bezug auf den extrapolierten Wert für unendlich kleine Spannung. Zweitens die sehr stark gereckte und gealterte Probe, für die innerhalb eines geringen Belastungsgebietes das Hookesche Gesetz gilt. Die sinngemäß einzufügende Verbindungslinie beider Punkte (in Abb. 21 gestrichelt gezeichnet) dürfte die wahren Elastizitätseigenschaften des Kupfers kennzeichnen.

Immerhin kommt es im allgemeinen auf den Grad der Veränderlichkeit von α an, um zu entscheiden, ob man Schwankungen mit in Kauf nehmen will, um eine komplizierte Untersuchung zu umgehen.

Es betrug z. B. bei Kupfer

$\alpha_0 = 77{,}8 \cdot 10^{-6}$ qmm/kg (41,1% gereckt, nachfolgend getempert),
$\alpha_0 = 81{,}6 \cdot 10^{-6}$ „ (geglüht),
$\alpha_0 = 83{,}5 \cdot 10^{-6}$ „ (0,02% gereckt),
$\alpha_0 = 90{,}5 \cdot 10^{-6}$ „ (2,6% gereckt),
$\alpha = 101{,}0 \cdot 10^{-6}$ „ (4,7% gereckt, Belastung 12,1 kg/qmm).

Die Werte streuen mithin bis zu 25%.

In der Tabelle 4 seien bisher bekanntgewordene Dehnungszahlen von Kupfer zusammengestellt[1]. Sie würden

[1] G. Sachs in Landolt-Börnstein, Ergänzungsheft 1927.

Digitized by Google

mit vorliegenden Ergebnissen in Übereinstimmung zu bringen sein, wenn die in Spalte 5 hinzugefügten Bemerkungen über Vorbehandlung und Versuchsbedingungen zutreffen.

Aus den bisherigen Erfahrungen und dem Schrifttum zu schließen, scheint sich Eisen und Stahl ganz gleichartig wie Kupfer zu verhalten. Nur werden die Schwankungen sich häufig in so engen Grenzen bewegen, daß sie praktisch vernachlässigt werden dürfen.

Tabelle 4.

Forscher	Bestandteile	Vorbehandlung	Dehnungszahl α $\frac{\text{qmm}}{\text{kg}}\,10^{-6}$	Ergänzende Bemerkungen auf Grund vorliegender Versuche
Grüneisen	rein	gezogen	80	9% gereckt und gealtert
	0,2% As	„	76,3	über 40% gereckt und gealtert
	0,15% As	„	76,7	desgl.
Dodge	99,9% Cu	geglüht	85,5	0,1% gereckt
	—	„	92,6	∼1% gereckt und unter ∼4kg/qmm Belast. ermittelt
Müller	—	22% gezog.	85,5	nicht gealtert
	—	60,5% „	77,6	gealtert
	—	90% „	74,1	gealtert

Zusammenfassung.

Bei der elastischen Dehnung des Kupfers tritt je nach der Vorbehandlung sowohl das Hookesche Gesetz als auch Hysterese in Erscheinung.

Nach plastischer Verformung ohne darauffolgende Lagerung trat stets Hysterese auf. Diese erschien bis zu Prüfbelastungen, die um $^1/_4$ bis $^1/_3$ unter der jeweiligen durch Recken erzeugten Streckgrenze blieben, als „reine" Hysterese, d. h. es waren innerhalb dieses Gebietes keine bleibenden Reste vorhanden, und $\alpha = \frac{\varepsilon}{\sigma}$ nahm mit der Prüfbelastung linear, dagegen oberhalb des Gebietes „reiner" Hysterese, wie von vornherein bei der geglühten Probe, mehr als proportional zu.

Mit dem Reckgrade nahm α zuerst (bis zu 3% Reckung) schnell zu, dann ständig bis zur Höchstlastreckung ab. Dies trat sowohl ein, wenn vor dem Recken die Probe geglüht als auch in der Düse gezogen war. Diese Erscheinung ist die Folge zweier Einzelwirkungen, die sich überdecken: α nimmt

1. mit der reinen Verformung, bei welcher der Einfluß innerer Spannungen unwirksam gedacht sei, ab,
2. mit dem Auftreten innerer Spannungen zu.

Durch Tempern bei geringen Temperaturen, wodurch innere Spannungen bekanntlich verschwinden, nahm α um einen gewissen Betrag ab. Sehr kleine Verformungen erzeugten aber sofort wieder eine Zunahme von α. Stark gereckte und getemperte Proben ergaben ein kleineres α als geglühte. Lagern von gereckten Proben bei Raumtemperatur hatte eine Abnahme von α als auch Wiederauftreten bleibender Reste zur Folge.

Die Zunahme von α mit der Spannung war im geglühten Zustand am größten und nahm mit dem Reckgrad ab. Stark gereckte und darauf getemperte Proben zeigten bis zu einer Belastung von $^1/_7$ bis $^1/_8$ der Streckgrenze keine Veränderung von α, d. h. das Hookesche Gesetz trat in Erscheinung. Äußerst winzige Verformungen vernichteten aber diese Erscheinung sofort wieder.

Aus der Kontinuität der Vorgänge kann geschlossen werden, daß das Hookesche Gesetz einen praktischen Grenzfall geringster Veränderlichkeit von α mit der Versuchsspannung darstellt.

Aus der Zunahme von α mit der Prüfspannung muß gefolgert werden, daß es insbesondere im geglühten Zustande nur Sinn hat, α_0 (für unendlich kleine Belastung) und zwar durch Extrapolation zu ermitteln. Im getemperten Zustand darf, falls ein Gebiet proportionaler Dehnung vorhanden ist, dieses mit der Belastung nicht überschritten werden, da sonst infolge geringster Verformung sofort wieder Hysterese und eine Zunahme von α in Erscheinung treten würde.

Nur zwei Zustände sind daher einwandfrei zu untersuchen, weil sie keine störenden inneren Spannungen aufweisen: Erstens, die vollständige geglühte Probe in bezug auf den extrapolierten Wert für unendlich kleine Spannung. Zweitens die sehr stark gereckte und gealterte Probe, für die innerhalb eines geringen Belastungsgebietes das Hookesche Gesetz gilt. Die zwischen beiden Extremen liegenden wahren Werte, die durch Messungen nicht genau zu fassen sind, liegen auf einer sinngemäß einzufügenden Verbindungslinie.

Herrn Prof. Memmler sei an dieser Stelle für die Unterstützung der Arbeiten gedankt. Vielerlei Anregung für die Auswertung und Deutung der Versuchsergebnisse verdanke ich den hierüber gepflogenen Diskussionen mit Herrn Dr.-Ing. Sachs.

Zug-Druckversuche an Messingkristallen (Bauschingereffekt).

Von **G. Sachs** und **H. Shoji**[1].

Bei feinkristallinen Metallen in unbeanspruchtem Zustand (gegossen, geglüht) läßt sich eine Elastizitätsgrenze nicht mit Sicherheit nachweisen. Wie Abb. 1a veranschaulicht, treten mit zunehmender Belastung allmählich größer werdende bleibende Verformungen auf; und mit empfindlichen Meßverfahren können solche schon bei ganz geringen Beanspruchungen nachgewiesen werden.

Der Zustand des Stoffes wird hierdurch in der Weise verändert, daß bei einer zweiten Belastung in gleicher Richtung wie die erste erneute bleibende Verformungen erst bei so hohen Belastungen auftreten, daß der Zweig bleibender Verformungen in der neuen Kurve *b* in Abb. 1 eine Fortsetzung der ursprünglichen Kurve *a* ist[1]. Der Stoff ist verfestigt und besitzt nunmehr einen elastischen Bereich. Die Elastizität ist allerdings stets unvollkommen, da kleine bleibende Verformungen in Form einer Hysteresisschleife von der Belastungs- und Ent-

[1] Original: Z. Physik Bd. 45, S. 776. 1927.

[1] Die Kurven sind nach Versuchsprotokollen gezeichnet. Das Material ist Messing (72% Kupfer).

Digitized by Google

lastungskurve eingeschlossen werden. Da jedoch diese Hysteresiseffekte gegenüber den eigentlichen plastischen Verformungen gering sind und die vorliegende Arbeit keine Erörterung der elastischen Unvollkommenheit bezweckt, kann bei einer solchen Kurve, wie sie Abb. 1b zeigt, mit einiger Berechtigung zwischen einem elastischen und plastischen Bereich unterschieden werden.

Wird jedoch auf einen vorverformten Stoff eine der ersten Beanspruchung entgegengesetzte aufgebracht, also z. B. Zug nach Druck, so ist der Charakter der Kurve (Abb. 1c) ein ganz anderer geworden[1]. Schon bei sehr geringen Belastungen setzen wieder bleibende Verformungen ein, und der Übergang zwischen dem elastischen und plastischen Bereich ist ganz verwischt, viel mehr noch als im unbeanspruchten Zustand.

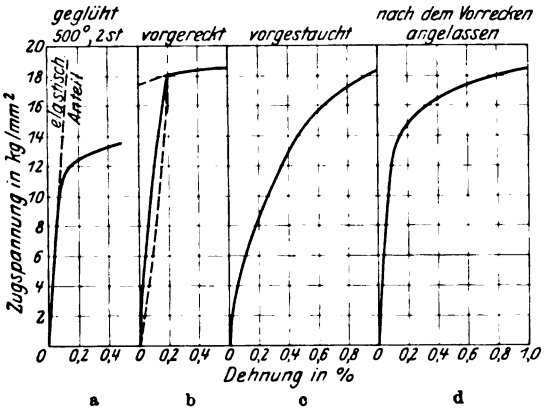


Abb. 1. Dehnungskurven von feinkristallinem Messing.

Die Verfestigung eines feinkristallinen Stoffes durch überelastische Beanspruchungen ist also eine sehr verwickelte richtungsabhängige Größe. Diese Unsymmetrie (Bauschingereffekt) läßt sich jedoch durch eine Glühbehandlung bei niedrigen Temperaturen beseitigen[2]. Die neue Kurve (Abb. 1d) gilt für Beanspruchung in beiden Richtungen; sie ähnelt in ihrem Aussehen der ursprünglichen Kurve (Abb. 1a), verläuft aber bei höheren Spannungswerten. Die zurückgebliebene Verfestigung des Stoffes ist dann also nicht mehr richtungsabhängig. Und zwar liegt im idealen Falle die neue Kurve (Abb. 1d) zwischen den beiden Kurven des vorbeanspruchten Stoffes (Abb. 1b und c), wobei alle drei nach einer Verformung von 1 bis 2% miteinander zusammenlaufen können. Durch höhere Glühtemperaturen wird die Lage der Kurve dann infolge Entfestigung herabgedrückt, ohne ihren charakteristischen Verlauf zu verändern. Bei erneuter Beanspruchung wiederholen sich die Vorgänge.

Es erscheint daher berechtigt, wie es Masing[3] getan hat, den Einfluß der Verformung in zwei Anteile aufzulösen:

Die eigentliche Verfestigung wird durch die Kurve nach dem Glühen bei niedrigen Temperaturen gekennzeichnet.

Die Unsymmetrie wird auf innere Spannungen zurückgeführt, deren Merkmal gerade die leichte Beseitigung durch Erwärmung ist. Solche inneren Spannungen müssen nach jeder inhomogenen Verformung im Stoffe zurückbleiben[1]. Durch Modellvorstellungen konnte schon Heyn[2] aus einer Inhomogenität die Unsymmetrieeffekte qualitativ verständlich machen. Als physikalischen Grund für die Inhomogenität führte Masing[3] die verschieden hohen Elastizitätsgrenzen der einzelnen Kristalle im Haufwerk ein. Er konnte auf Grund dieser Vorstellung aus der ursprünglichen Kurve die Kurve bei entgegengesetzter Beanspruchung angenähert rechnerisch erfassen[4]. Das Experiment ergab jedoch meist einen flacheren Kurvenverlauf als die Rechnung.

Bei Kristallen ist der Bauschingereffekt unter inhomogener Beanspruchung ebenfalls zu erwarten, da eine ungleichmäßige Beanspruchung in ganz gleichartiger Weise wie ein inhomogener Zustand des Stoffes innere Spannungen und die damit verbundenen Unsymmetrieeffekte zur Folge haben muß. In der Tat sind auch an gebogenem Steinsalz sowohl innere Spannungen als auch einseitige Verfestigung festgestellt[5].

Homogene Kristalle unter homogener Beanspruchung müßten sich jedoch danach durch Fehlen aller Inhomogenitätseffekte auszeichnen. Der Vorgang der elastischen Nachwirkung, der von v. Wartenberg ebenfalls mit den verschieden hohen Elastizitätsgrenzen der einzelnen Kristalle in Beziehung gesetzt wurde, wird bisher auch bei Kristallen als fehlend gemeldet[6].

Dagegen konnte elastische Hysteresis bei Aluminiumkristallen, die einer überelastischen Zugbeanspruchung unterworfen waren, nachgewiesen werden[7]. Jedoch trat Hysteresis dabei erst bei Überschreitung einer gewissen Beanspruchung auf, im Gegensatz zu feinkristallinem Material, wo sie schon bei den geringsten Belastungen merklich ist und mit einer scheinbaren Herabsetzung des Elastizitätsmoduls verbunden ist[8].

Es war danach zu erwarten, daß bei Kristallen ein Bauschingereffekt wenigstens nicht in dem Maße auftritt, wie bei feinkristallinem Material. Überraschenderweise ergaben aber die im folgenden beschriebenen Versuche an Messingkristallen ganz gleichartige Effekte wie bei feinkristallinem Material. Dieser Befund scheint im Widerspruch zu einer homogenen Beschaffenheit des Kristallgitters zu stehen.

[1] J. Bauschinger: Ziviling. Bd. 27, S. 289—348. 1881; Mitt. Mech.-Techn. Labor. München, Heft 13. 1886; G. Masing und W. Mauksch: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 4, S. 74—90, 244—256. 1925; Bd. 5, S. 142—155. 1926.

[2] G. Masing und W. Mauksch: a. a. O.

[3] G. Masing: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 5, S. 135 bis 141. 1926.

[1] M. Polanyi und G. Sachs: Z. Physik Bd. 33, S. 692 bis 705. 1925.

[2] E. Heyn: Festschr. Kaiser-Wilhelm-Ges. S. 121—131. 1921; vgl. auch K. Hencky: Z. ang. Math. Mech. Bd. 4, S. 223—234. 1924.

[3] G. Masing: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 3, S. 231 bis 239. 1924.

[4] G. Masing: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 5, S. 135 bis 141. 1926.

[5] M. Polanyi und G. Sachs: a. a. O.

[6] H. v. Wartenberg: Verh. D. Phys. Ges. Bd. 20, S. 113 bis 122. 1918; E. Schmid und G. Wassermann: Z. Physik Bd. 40, S. 451—455. 1926.

[7] H. J. Gough, D. Hanson und S. J. Wright: Phil. Trans. (A) Bd. 226, S. 1—30. 1926.

[8] W. Kuntze: Z. Metallkunde, Bd. 20, S. 145—150. 1928; vgl. auch voranstehende Abhandlung; W. Kuntze, G. Sachs und H. Sieglerschmidt: Z. Metallkunde, Bd. 20, S. 64 bis 68. 1928.

Digitized by Google

Herstellung von Messingkristallen. Messingkristalle verschiedener Zusammensetzung wurden nach dem Verfahren von Bridgman[1] in der Weise hergestellt, daß ein Kohlerohr mit der Schmelze in einem elektrischen Ofen langsam herabgelassen wurde[2]. Das Messing wurde bei den ersten Versuchen aus Handelsmessing, bei den späteren aus Elektrolytkupfer und reinem Zink (Zink I von Kahlbaum) in einem Kohlerohrofen unter einer Boraxdecke eingeschmolzen und in das Kohlerohr eingegossen. Der Ofen wurde auf 50 bis 100° über dem Messingerstarrungsbeginn gehalten, möglichst so niedrig, daß das Zink nicht verdampfte. Eigenartige Störungserscheinungen traten in Form strahliger Kristalle auf, die entsprechend Abb. 4 von einigen Punkten der Oberfläche ausgingen und dann den ganzen oberen Teil der Probe erfüllten. Ihre Ursache ist vielleicht in der Verdampfung des Zinks zu suchen. Die gestörte Zone konnte auf wenige Zentimeter dadurch herabgedrückt werden, daß das Kohlerohr in einem Führungsrohr aus Porzellan herabgelassen wurde, das unten mit einem Pfropfen aus Asbestwolle dicht verschlossen war.

Vor den Versuchen wurden die Kristalle bei 700° 6 St. ausgeglüht, um sie zu homogenisieren. Erstarrte Mischkristalle sind bekanntlich in ihrer chemischen Zusammensetzung ungleichmäßig; durch längeres Glühen bei höheren Temperaturen kann aber örtlich ein Ausgleich der Zusammensetzung herbeigeführt werden.

Die erstarrten Kristalle ließen, wie Abb. 3 zeigt, auf der Oberfläche dendritische Zeichnungen erkennen, die durch Ätzen noch deutlicher wurden. Bei den reineren Kristallen waren die Zeichnungen wesentlich schwächer als bei den unreineren. Bei β-Messing, das in einem schmalen Schmelzintervall erstarrt, waren keine Dendriten zu beobachten.

Versuchsdurchführung. Von zwei Kristallen mit 72% Kupfer wurden Probekörper nach Abb. 4 hergestellt, die auf Zug und Druck beansprucht werden konnten. Die Abmessungen wurden möglichst groß gewählt, um einen kleinen Spiegelapparat ansetzen zu können. Um die Dicke zu erhalten, wurden auf die schwach abgedrehten Kristalle Köpfe aus Messingrohr warm aufgezogen, verbolzt und in diese das Gewinde eingezogen. Die Länge war etwa $2^1/_2$mal der Dicke, so daß einerseits ein Ausknicken bei Druckversuchen noch vermieden war, andererseits die Spannungsverteilung noch als einigermaßen gleichmäßig angesehen werden konnte. Die Versuche wurden an einer Spießmaschine bis 2000 bzw. 20000 kg Höchstlast durchgeführt; die Formänderungen wurden mit Hilfe eines kleinen Spiegelgerätes nach Martens von 10 mm Meßlänge bei 1000facher Vergrößerung gemessen.

Soweit unter einer Belastung stärkeres Fließen beobachtbar war, wurde die Ablesung nach einer halben Minute unter konstanter Last vorgenommen. Dies entspricht nach früheren Erfahrungen etwa einer laufenden Ablesung bei sehr geringer Versuchsgeschwindigkeit. Deutliches Nachfließen trat bei den Versuchen mit wechselnder Beanspruchung schon unter 1 kg/qmm Spannung auf.

An den Probestäben wurden abwechselnd Zug- und Druckversuche mit eingeschalteten Glühungen durchgeführt. Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Versuche an einer Kristallprobe, die abwechselnd um etwa 1,5% gedehnt und gestaucht und nach dem 7. und 25.

Abb. 2. Teilbild eines Messingkristallstäbchens mit Störungsherd, von dem aus strahlige Kristalle fortwachsen. (Geätzt mit konzentrierter Eisenchloridlösung und Salzsäure, zweifach vergrößert.)

Abb. 3. Teilbild eines Messingkristallstäbchens (Ms. 72, techn.) mit dendritischen Oberflächenzeichnungen. (Geätzt mit konzentrierter Eisenchloridlösung und Salzsäure, zweifach vergrößert.)

Versuch bei 270° angelassen wurde. An den anderen Probekörpern wurde der Verformungsbetrag größer gewählt oder von Versuch zu Versuch von 0,2 bis 6% — mit und ohne eingeschaltete Glühungen bei 400° — erhöht.

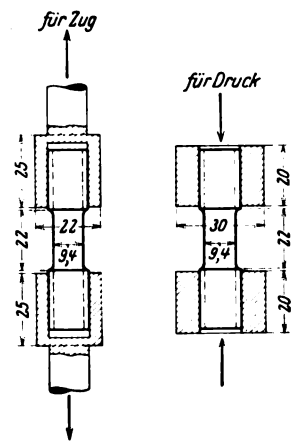


Abb. 4. Probekörper für Zug-Druckversuche.

Die Darstellung der Verformungskurve wurde in einem Quadranten vorgenommen. Die vielfach gebräuchliche Darstellung (Abb. 5), Zugspannungen und Dehnungen als Koordinaten des ersten Quadranten, Druckspannungen und Stauchungen als Koordinaten des dritten Quadranten zu wählen, wurde verlassen. Abb. 5 zeigt einige Versuche in dieser Darstellung, die allerdings die Aufeinanderfolge der Versuche sehr anschaulich macht. Es handelt sich jedoch bei diesen Versuchen nicht um eine Gegenüberstellung von Zug und Druck, sondern um die Feststellung der Abhängigkeit der Kurvenform von der Vorgeschichte.

Wie nach den bisherigen Versuchen zu erwarten war, ist es dabei ganz gleichgültig, ob die Zug- oder die Druckkurve verfolgt wird. Es kommt nur darauf an, ob die vorangegangenen Verformungen in der gleichen oder in der entgegengesetzten Richtung stattgefunden haben, und ob diese Vorgeschichte durch das Glühen ganz oder teilweise beseitigt worden ist. Die wiedergegebenen

[1] P. W. Bridgman: Proc. Am. Acad. Arts Sc. Bd. 60, S. 306—383. 1925.

[2] Vgl. C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. (A) Bd. 112, S. 289 bis 296. 1926; (A) Bd. 115, S. 148—166. 1927.

Digitized by Google

Druckkurven könnten also ebensogut Zugkurven sein, bei denen die Vorgeschichte bezüglich Zug und Druck gerade umgekehrt gewesen ist. Die Darstellung in einem Quadranten hat dabei den Vorteil, daß die Kurvenformen leicht miteinander verglichen werden können.

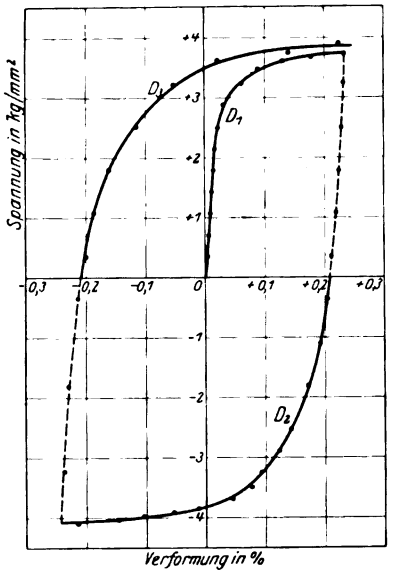


Abb. 5. Zug-Druckversuche an einem Messingkristall.

Tabelle 1. Übersicht über Zug- und Druckversuche an einem Messingkristall (Versuchsreihe B).

Versuch	Zustand	Verformung[1] %	Höchstbeanspruchung kg/qmm	Beanspruchung bei ±1,5%[2] kg/qmm	Bemerkungen
B 1	ursprünglich	+ 1,56	+ 3,40	+3,40	
B 2		— 1,54	— 3,28	—3,28	
B 3		+ 2,0	+ 3,48	≈ +3,45	
B 4		— 1,52	— 3,36	—3,36	
B 5		+ 1,67	+ 3,46	+3,45	
B 6		— 1,46	— 3,36	—3,36	
B 7		+ 1,66	+ 3,52	+3,50	
B 8	Getempert 270°, 2 St.	— 1,40	— 3,35	≈ —3,35	
B 9		+ 1,40	+ 3,39	≈ +3,42	
B 10		— 1,51	— 3,40	—3,40	
B 11		+ 1,66	+ 3,57	+3,55	
B 12		— 1,60	— 3,48	—3,47	
B 13		+ 1,42	+ 3,57	+3,58	
B 14		— 1,50	— 3,56	≈ —3,6	ohne Spiegelmessungen
B 15		+ 1,48	+ 3,52	+3,6	
B 16		— 1,45	— 3,62	—3,6	
B 17		+ 1,50	+ 3,59	+3,6	
B 18		— 1,56	— 3,62	—3,6	
B 19		+ 1,46	+ 3,59	+3,65	
B 20		— 1,51	— 3,69	—3,7	
B 21		+ 1,53	+ 3,66	+3,65	
B 22		— 1,32	— 3,70	—	
B 23		+ 1,26	+ 3,72	—	
B 24		— 1,65	— 3,73	—3,72	
B 25		+ 1,40	+ 3,72	+3,76	
B 26	Getempert 270°, 2 St.	+ 1,37	+ 3,85	≈ +3,85	
B 27		— 1,60	— 3,69	—3,69	
B 28		+ 1,45	+ 3,69	≈ +3,69	
B 29		—21,2	— 7,00	—3,74	ohne Spiegel
B 30		+16,2	+10,4	+6,22	

[1] Einschließlich elastischer Formänderungen.
[2] Nur bleibende Verformungen.

Zerreißversuche. Um das Verhalten der Messingkristalle kennenzulernen, wurden einige Zerreißversuche durchgeführt. Die gleichartigen Versuche von Elam[1] ließen vermuten, daß sich Messingkristalle ähnlich wie Kristalle von Aluminium[2], Kupfer, Silber und Gold[3] verhielten. Unsere Versuche zeigen aber bei genauerer Verfolgung der Kraft- und Verformungsverhältnisse in verschiedener Hinsicht ein ganz anderes Verhalten als z. B. bei Aluminium und eher ähnliche Verhältnisse, wie sie bei (legiertem) Zink beobachtet sind[4].

Durch die Bearbeitung wird der Zustand weicher Kristalle gestört. Ein kleines Probestäbchen von 7 mm Durchmesser und ähnlicher Form wie für die Zug—Druckversuche ließ beim Beginn des Versuches erkennen, daß bleibende Verformungen bei der Bearbeitung stattgefunden hatten. Eine Glühung bei 750° (2 St.) bewirkte Rekristallisation der Oberfläche. Nach Ab-

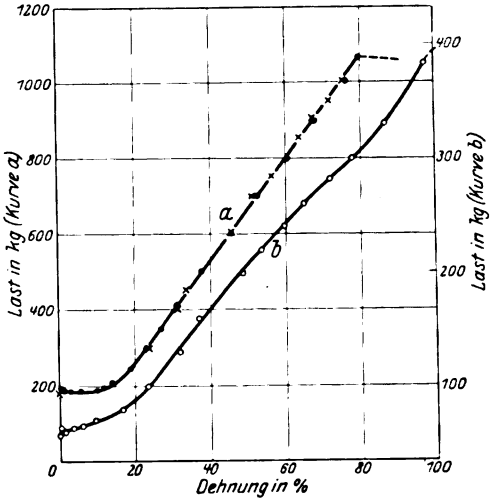


Abb. 6. Zerreißkurven von Messingkristallen.

ätzen einer 1 mm starken Schicht in verdünnter Salpetersäure auf 5 mm Durchmesser kam der Kristall wieder zum Vorschein. Ein danach ausgeführter Versuch deckte sich entsprechend Abb. 6 b in den wesentlichen Zügen mit Versuchen an unbearbeiteten Kristallen (Abb. 6 a). Wegen der ungleichmäßigen Gestalt des abgeätzten Stäbchens und des geringen Querschnitts liegen die Versuchspunkte jedoch sehr unregelmäßig.

Zur Festlegung des Verhaltens von wirklich ungestörten Kristallen wurden daher noch an zwei Hälften eines unbearbeiteten Kristallstabes von 9,8 mm Durchmesser Zerreißversuche durchgeführt. Die eine Hälfte wurde vor dem Versuch bei 750° 2 St. ausgeglüht. Wie Abb. 6 und 7 zeigen, weisen beide Stabhälften einen ganz gleichen Kurvenverlauf auf[5]; und trotz geringer Ungleich-

[1] C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. (A) Bd. 115, S. 148—166. 1927.
[2] H. C. H. Carpenter und C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. (A) Bd. 107, S. 171—180. 1925; G. J. Taylor und C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. (A) Bd. 108, S. 28—51. 1925; R. Karnop und G. Sachs: Z. Physik Bd. 41, S. 116—139. 1927.
[3] C. F. Elam: Proc. Roy. Soc. (A) Bd. 112, S. 289—296. 1926.
[4] Rosbaud und E. Schmid: Z. Physik Bd. 32, S. 197 bis 225. 1925.
[5] Beim ungeglühten Stab wurde der Beginn des Fließens, das unerwartet einsetzte, versehentlich überschlagen, und der ganze Versuch ist weniger sorgfältig durchgeführt.

Digitized by Google

mäßigkeiten in der Gestalt und in der chemischen Zusammensetzung war die Dehnung der Kristalle so gleichmäßig, daß beim Einsetzen der Bruch-Einschnürung die Querschnittsunterschiede längs des Stabes kaum 1% ausmachten. Die Meßgenauigkeit der Versuche war nicht groß genug, um die Existenz einer Elastizitätsgrenze erkennen zu lassen. Jedoch zeigt die Kurve in Abb. 8 erst oberhalb einer Spannung von 1 kg/qmm eine deutliche Abweichung von der Proportionalität zwischen Spannung und Formänderungen.

Auch bei Messingkristallen treten also nach Abb. 8 schon bei sehr geringen Spannungen bleibende Verformungen auf. Diese nehmen aber nicht — wie etwa bei Aluminiumkristallen — gleichmäßig mit der Belastung zu. Vielmehr setzt nach Abb. 9 bei Erreichung einer bestimmten Spannung — und nachdem schon etwa 0,5% Dehnung vorangegangen sind — ein plötzliches Fließen verbunden mit Lastabfall und Ausbildung von Einschnürungen an den Enden der Probestäbe ein. Unter gleichbleibender Last dehnen dann die übrigen Stabteile nach, bis nach etwa 10% Dehnung der Stabquerschnitt wieder an allen Stellen gleich ist. Die Messingkristalle verhalten sich also ganz ähnlich wie gewöhnlicher weicher Stahl; sie weisen eine ausgesprochene „Streckgrenze" auf. Der bearbeitete Stab ließ diese Überhöhung nicht mit Sicherheit erkennen und zeigte auch bei weiterer Dehnung einen geringen Lastanstieg.

Bei weiter steigender Last verlängerten sich dann entsprechend Abb. 6 und 7 die Stäbe sehr gleichmäßig um etwa 80%, wobei nur ein System von Gleitlinien deutlich zu erkennen war.

Noch bei 79% Dehnung zeigen die Kurven in Abb. 6 eine stark ansteigende Tendenz. Bei etwa 79,5% erreichte jedoch die Last unvermittelt einen Höchstwert und fiel dann langsam ab. Gleichzeitig trat ein zweites System von Gleitlinien auf, das wieder mit einer örtlichen Einschnürung des Stabes verbunden war. Diese bildete sich dann zur Bruchstelle aus. Im Gegensatz zu den Beobachtungen von Elam trat also bei den hier untersuchten Messingkristallen nur bei der ersten Einschnürung eine Ausglättung ein.

Die Bruchausbildung ist besonders bei den unbearbeiteten Stäben nach Abb. 10 und 11 sehr eigenartig. Der Bruch begann mit einer einseitigen treppenförmigen Abschiebung oder Aufklaffung, die allmählich den ganzen Kristall durchsetzte. Abb. 10 zeigt den Vorgang am ungeglühten Kristallstab kurz vor der endgültigen Trennung. Abb. 11 am geglühten Stabteil nach erfolgtem Bruch. An der einen Stabhälfte bildet sich eine schräg durchgehende gewölbte Fläche aus. Die Fläche ist treppenartig gezahnt. Die Längsrichtung der Treppenstufen stimmt anscheinend mit der Gleitrichtung überein, die Oberfläche mit dem einen Gleitflächensystem. An dieser Stabhälfte schienen nach Beginn der Trennung keine Gleitungen mehr vor sich zu gehen. An der anderen Stabhälfte verzerrt sich dagegen der Fließkegel während des Trennungsvorganges zu einer Schneide. Der Kristall schiebt sich offenbar durch Gleitungen nach der festhaftenden Seite herüber, wodurch die treppenförmige Bruchfläche zu einem schmalen Streifen zusammengeschoben wird. Da beide Versuche eine in allen Einzelheiten gleichartige Bruchausbildung ergaben, kann diese nicht auf irgendwelchen Störungen beruhen.

Die Entstehung einer solchen Bruchform läßt sich aus der Vorstellung heraus ableiten, daß die Trennung

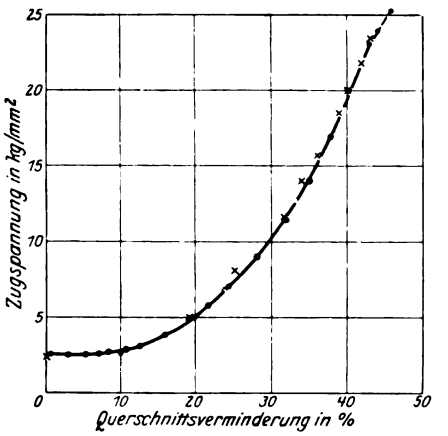


Abb. 7. Spannungs-Querschnittsverminderungskurven von Messingkristallen.

in einer Fläche vor sich geht, die einen kleinen Winkel zu einem Gleitflächensystem bildet und mit der Stabachse einen größeren Winkel als das Gleitflächensystem

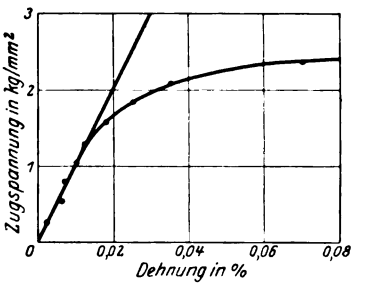


Abb. 8. Verformungskurve eines Messingkristalls bei kleinen Beanspruchungen.

einschließt. Derjenige Teil des Stabes, der an der Anbruchseite in einen spitzen Winkel ausläuft, muß sich dann durch etwa vor sich gehende Gleitungen zu einer

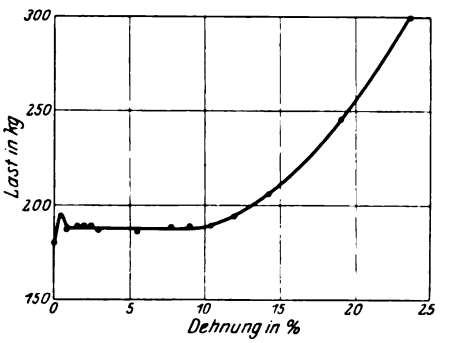


Abb. 9. Zugkurve eines Messingkristalls im Gebiet des plötzlichen Fließens.

Schneide ausziehen; während die andere Bruchfläche durch Gleitungen nur wenig verändert werden kann.

Beim bearbeiteten Kristallstab war dagegen die Bruchausbildung ganz andersartig und symmetrisch. Der Stab brach ziemlich plötzlich in einer fast ebenen Fläche auseinander, die, wie Abb. 12 erkennen läßt, zu beiden sichtbaren Gleitsystemen schräg lag.

Zug—Druckversuche. Die Versuche unter abwechselnder Zug- und Druckbelastung wurden an be-

Digitized by Google

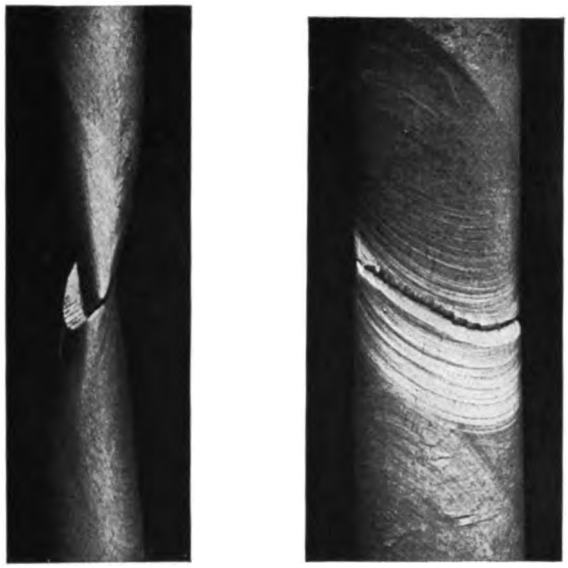


Abb. 10. Messingkristall kurz vor dem Bruch in verschiedenen Ansichten (2,5fach vergrößert).

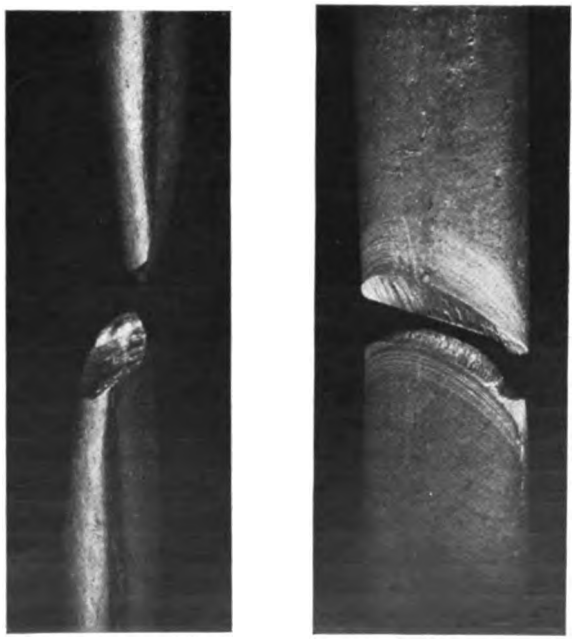


Abb. 11. Zerrissener Messingkristall (2,5fach vergrößert).

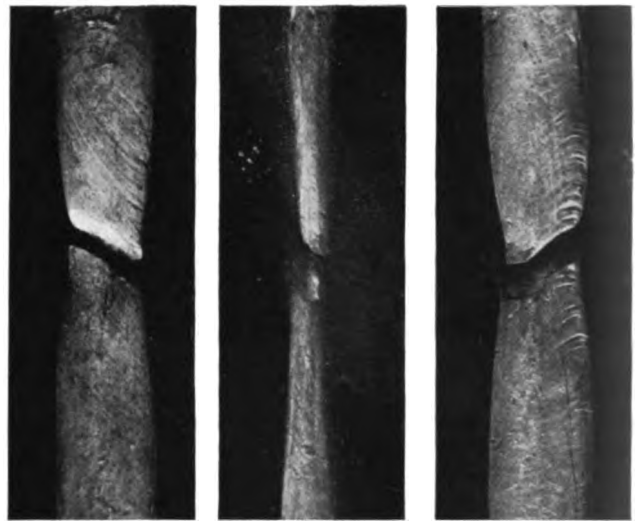


Abb. 12. Zerrissenes Kristallstäbchen aus Messing (3fach vergrößert).

arbeiteten Stäben durchgeführt. Diese Stäbe waren aber nur ganz wenig auf 9,2 bis 9,3 mm Durchmesser abgedreht worden, so daß der Einfluß der Bearbeitung nur gering war. Ein Lastabfall im Gebiet kleiner Verformungen war jedoch bei keinem der drei untersuchten Stäbe festzustellen. Im übrigen setzte aber auch bei diesen Stäben der Fließbeginn sehr plötzlich ein; und die Verfestigung war zunächst sehr gering. Dieser Umstand ist sehr wertvoll, da eine stärkere Verfestigung

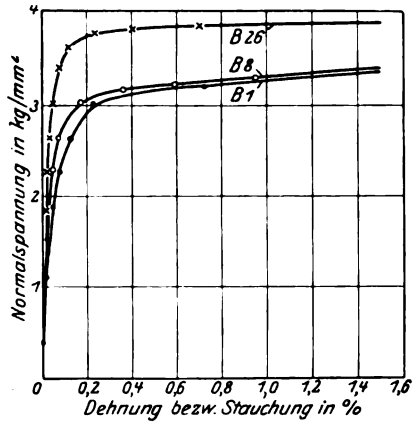


Abb. 13. Verformungskurven eines Messingkristalls (ursprünglich und angelassen).

die Erscheinungen, auf die es hier sehr ankommt, verwischt. In Abb. 13 und 19 sind die ersten Kurven der untersuchten Stäbchen wiedergegeben.

Wird ein Kristall um einen gewissen Betrag vorgereckt und wieder in der gleichen Richtung belastet, so treten kleinere bleibende Verformungen erst dicht unterhalb der vorher getragenen Last und bei deren Erreichung wieder starkes Fließen ein. Die Elastizität ist aber, wie Abb. 14 zeigt, auch bei Kristallen unvollkommen, da die Entlastungs- und Belastungskurve eine Hysteresisschleife einschließen. Da hier aber keine Erörterung des elastischen Verhaltens beabsichtigt ist und die Hysteresiseffekte verhältnismäßig gering sind, kann man mit gewisser Berechtigung sagen, daß bei einem verformten Kristall die Elastizitätsgrenze fast bis zur Höhe der vorangegangenen Beanspruchung gehoben ist.

Digitized by Google

In entgegengesetzter Richtung wie die vorangegangene Beanspruchung treten dagegen, wie Abb. 15 veranschaulicht, schon bei geringen Beanspruchungen erhebliche bleibende Reste auf. Mit steigender Spannung nehmen diese zunächst nur wenig beschleunigt zu; und erst ungefähr bei der gleichen Spannung, bei der auch bei Beanspruchung in der anderen Richtung Fließen einsetzt, werden die Verformungen schnell größer. Auf die Gesetzmäßigkeiten dieser einseitigen Kurvenverschiebungen, die kurz mit Bauschingereffekt bezeichnet sein mögen, wird noch näher einzugehen sein.

Die Verformungskurven der angelassenen Kristalle zeigen nach Abb. 13 und 19 einen ganz ähnlichen Verlauf wie die ersten Belastungskurven der Probestäbchen und sind wieder bei Beanspruchung in beiden Richtungen

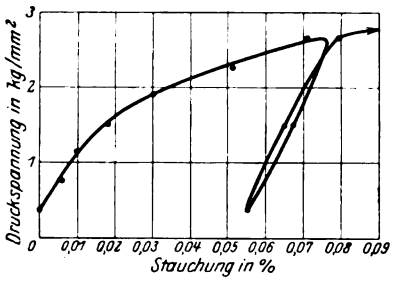


Abb. 14. Hysteresisschleife eines Messingkristalls.

gleich. Deutliche Abweichungen von der elastischen Geraden sind in den Kurven jedoch erst bei höheren Spannungen feststellbar. Vorausgesetzt ist allerdings dabei, daß die Glühbehandlung ausreichend gewesen ist.

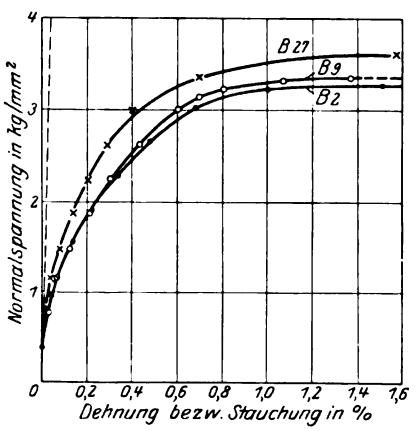


Abb. 15. Verformungskurven eines Messingkristalls nach vorangegangenen Verformungen von 1,5 g% in umgekehrter Richtung.

Nach unvollkommenem Tempern ist der Bauschingereffekt nur teilweise beseitigt. Dies wurde besonders dann beobachtet, wenn die vorangegangenen Verformungen sehr gering waren. Außerdem verlaufen die Kurven der angelassenen Kristalle infolge der Verfestigung, die durch die Anlaßbehandlung bei 270 bis 400° kaum beeinflußt wird, wesentlich höher als die der ursprünglichen.

Schließlich seien noch kurz die Veränderungen der Kurvenform bei mehrfach wiederholter Belastung in beiden Richtungen beschrieben. Die auf die erste Verformung folgende führt, wie Abb. 15 zeigt, stets zur gleichen kennzeichnenden Kurvenform, sowohl bei unbeanspruchten als auch bei getemperten Kristallen. Die nächste Beanspruchung ergibt dann einen etwas andersartigen Kurvenverlauf (Abb. 16), der aber leicht dadurch verwischt wird, daß die letzte Verformung größer war als die vorangegangene. Bei mehrfach wiederholter Beanspruchung scheinen sich die Unterschiede in den Kurven dann allmählich auszugleichen. Die Dehnungskurve eines Kristallstäbchens, das je 15 mal um 1,5% gedehnt und gestaucht worden war, zeigte danach bei größeren Verformungen entsprechend Abb. 17 einen ganz ähnlichen Verlauf wie die ursprüngliche Kurve in Abb. 9. Nur verlief der fast horizontale Kurvenzweig infolge der

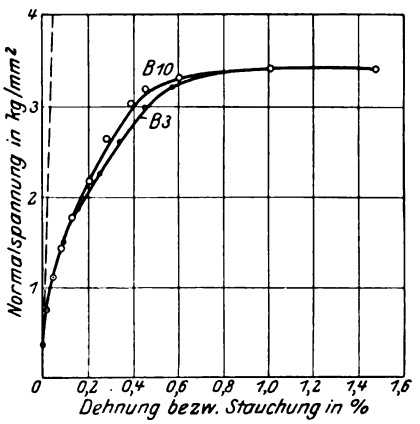


Abb. 16. Verformungskurven eines Messingkristalls bei wiederholter Beanspruchung.

Verfestigung durch die vorangegangenen Beanspruchungswechsel bei höheren Spannungen.

Durch die eigentliche Verfestigung des Kristalls wird die Erkenntnis der beschriebenen Erscheinungen etwas erschwert. Eine solche Verfestigung tritt also auch bei kleinen, oftmals wiederholten Verformungen ein. Wie

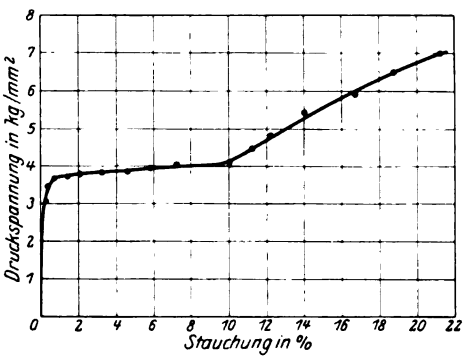


Abb. 17. Stauchkurve eines Messingkristalls nach je 15 Dehnungen und Stauchungen um ± 1,5%.

z. B. aus Tabelle 1 hervorgeht, steigt die zur Erzwingung einer Verformung von ± 1,5% notwendige Belastung bei oftmals wiederholter Beanspruchung langsam, aber stetig an. Das Tempern bei 270° (2 St.) bewirkt eine geringfügige Entfestigung, die nach einigen weiteren Beanspruchungswechseln wieder aufgeholt ist.

Die Verfestigung bei Zug und Druck verlief bei den untersuchten Kristallen nicht ganz gleichartig. Einmal erforderte das Dehnen, das andere Mal das Stauchen eine etwas höhere Spannung[1]. Vielleicht spielt hierbei die Orientierungsänderung des Kristalls eine Rolle.

[1] H. J. Gough, D. Hanson und S. J. Wright (Phil. Trans. [A] Bd. 226, S. 1—30. 1926) stellten bei Dauerversuchen an Aluminiumkristallen meist Verlängerungen, in einem Falle auch Verkürzung fest.

Digitized by Google

Die Größe des Bauschingereffektes. Sind die Verformungen bei wiederholter Beanspruchung nicht gleich groß, so ist es wesentlich die größte, die den Bauschingereffekt bestimmt. Und zwar ist der Bauschingereffekt um so größer, der Kurvenverlauf bei Umkehrung

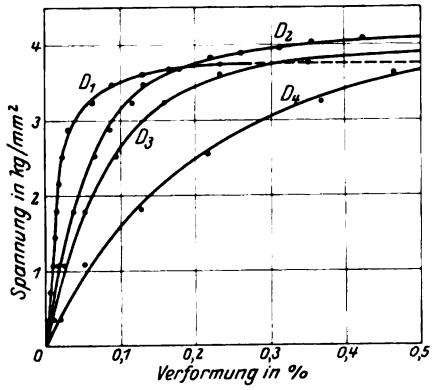


Abb. 18. Verformungskurven eines Messingkristalls bei abwechselnder Dehnung und Stauchung um wachsende Beträge.

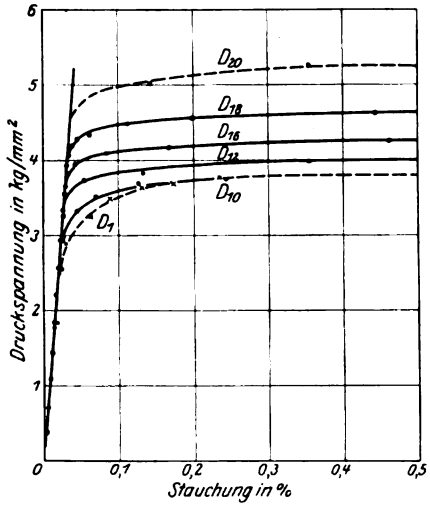


Abb. 19. Stauchkurven eines Messingkristalls nach verschiedenen Dehnungen bei 400° C, 1 St. angelassen.

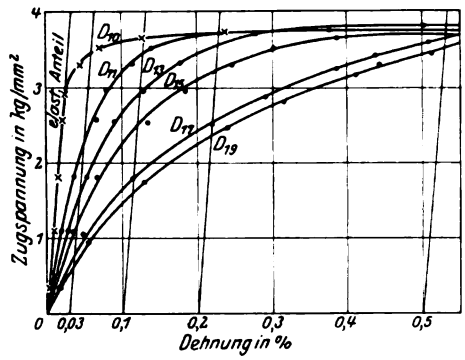


Abb. 20. Dehnungskurven eines Messingkristalls nach vorangegangenen Stauchungen (Bauschingereffekt) mit eingeschalteten Glühungen bei 400° C, 1 St.

der Beanspruchung also um so flacher, je größer die vorangegangene Verformung war. Durch abwechselnde Dehnungen und Stauchungen von wechselndem Betrag kann also, wie Abb. 18 zeigt, der Bauschingereffekt ständig vergrößert werden. Und zwar zeigt es sich, wie ein Vergleich mit Abb. 20 lehrt, daß in einem solchen Falle der Bauschingereffekt etwa ebenso groß ausfällt, als wenn die Verformung unmittelbar an geglühtem oder getempertem Material durchgeführt wird. Der Bauschingereffekt ist also hauptsächlich vom Betrag dieser Verformung abhängig, derart, daß Kurven nach gleichen Verformungen fast miteinander zusammenfallen (vgl. Abb. 15). Durch eine verhältnismäßig große Verformung wird demnach die übrige Vorgeschichte des Kristalls im wesentlichen beseitigt.

Zur Feststellung des größtmöglichen Bauschingereffektes wurde eine Versuchsreihe angesetzt, bei der an einem bei 400° 1 St. getemperten Probestab zunächst nach einer Stauchung von 0,1% der Verlauf der Zugkurve bis 0,5% Dehnung aufgenommen, dann bei 400° 1 St. getempert und das gleiche mit Stauchungen von 0,2, 0,5, 1,0, 2,2 und 4% durchgeführt wurde[1]. Die getemperten Kurven steigen dabei nach Abb. 19 infolge der fortschreitenden Verfestigung immer höher, was auch bei der quantitativen Beurteilung des Bauschingereffektes zu berücksichtigen ist.

Den Verformungskurven bei Zug (Abb. 20) sind dann zur zahlenmäßigen Kennzeichnung des Effektes die Abweichungen von der elastischen Geraden im Betrage von 0,03, 0,1, 0,2 und 0,5% entnommen und in Abb. 21 in Abhängigkeit von der Größe der vorangegangenen Verformung aufgetragen. Diese Werte entsprechen etwa den technologischen Kennziffern Elastizitätsgrenze und Streckgrenze, die als Anhalt für das Einsetzen bleibender Verformungen üblich sind. Abb. 21 veranschaulicht also die Verschiebung dieser Grenzen infolge einer vorangegangenen Kaltverformung in einer der Messung entgegengesetzten Richtung. Zum Vergleich ist in Abb. 21 auch die Veränderung der 0,2%-Grenze im getemperten Zustand dargestellt. Beim Vergleich der Kurven ist zu berücksichtigen, daß für den Bauschingereffekt nur die letzte Verformung, für die Verfestigung im getemperten Zustand aber die gesamte Vorgeschichte wirksam ist.

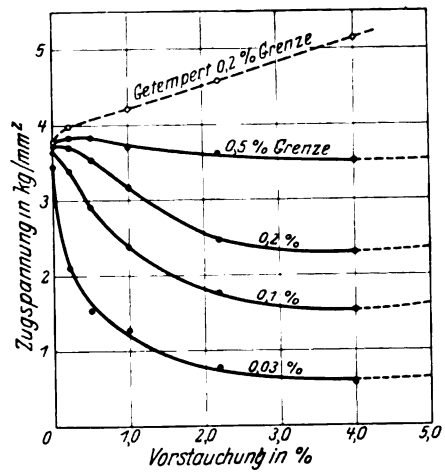


Abb. 21. Veränderung der Elastizitäts- und Streckgrenze eines Messingkristalls bei Zugversuchen durch vorangegangene Stauchungen.

Besonders eigenartig ist nach Abb. 21 der Umstand, daß der Bauschingereffekt bei Verformungen von 4% noch nicht vollständig ist. Bei größeren Verformungen steigen dann die Grenzen infolge der Verfestigung, wie auch schon Abb. 21 erkennen läßt, wieder an. Die elastischen Formänderungen sind dabei nur etwa 0,05%.

[1] Nach einer Stauchung von 7% trat leider im Versuch eine Störung auf, die nur eine teilweise Verwertung dieses Versuches ermöglicht.

Digitized by Google

Erörterung der Ergebnisse. Nach den vorliegenden Versuchen bewirkt die Verformung eines Kristalls Änderungen des Gleitwiderstandes, die sich in zwei Anteile zerlegen lassen. Es tritt einerseits eine Erhöhung des Gleitwiderstandes, die Verfestigung, ein, andererseits aber auch eine polare Fähigkeit zu kleinen Verformungen unter geringen Spannungen. Die Polarität kann durch Anlassen bei niedrigen Temperaturen beseitigt werden, wobei die Verfestigung kaum berührt wird.

Die Verhältnisse liegen also ganz gleichartig wie bei feinkristallinem Metall. Zum Vergleich wurden Versuche an gewöhnlichem Messing und Duralumin herangezogen. Das Messing verhielt sich sehr ähnlich wie seine einzelnen Kristalle; nur waren die Erscheinungen durch die erhebliche Verfestigung undeutlicher. Bei Duralumin war der Bauschingereffekt erheblich geringer und erreichte seinen Höchstwert schon bei einer Verformung von 0,7%[1].

Weder die eigentliche Verfestigung noch die polaren Widerstandsänderungen können vorläufig befriedigend gedeutet werden. Letztere zeigen in ihrer Temperaturempfindlichkeit das Kennzeichen aller Erscheinungen, die mit der Anwesenheit innerer Spannungen zusammenhängen[2]. Wie aber der Mechanismus eines Vorgangs im Kristall beschaffen sein soll, um die im Bauschingereffekt zutage tretenden Verformungen zu erklären, welche die elastischen um mindestens eine Größenordnung überschreiten, ist nicht zu übersehen.

Bei feinkristallinem Material ist die Vorstellung, daß der Bauschingereffekt durch die verschiedene Lage der Elastizitätsgrenze der einzelnen Kristalle bedingt wird, sehr anschaulich. Auch sind dort die bleibenden Verformungen beim Einsetzen des Fließens von gleicher Größenordnung wie die elastischen, also als elastische Formänderungen sehr fester Teilchen denkbar.

Beim einzelnen Kristall muß aber wohl der Sitz des Bauschingereffektes in den einzelnen Gleitflächen liegen. Auch bei wechselnder Beanspruchung gehen die Verformungen des Kristalls durch Gleiten vor sich[3]. Abb. 22 zeigt die Gleitlinien eines Kristallstabes in zwei Ansichten; und auch Querschnittsmessungen ergaben die charakteristischen Verzerrungen zur Ellipse. Außerdem ist es schwer vorstellbar, wie in Kristallteilen, die nicht unmittelbar am Gleiten beteiligt sind, ein polarer Effekt, wie es der Bauschingereffekt ist, entstehen soll.

Eine Deutung dieser rätselhaften Erscheinung wird vielleicht auch für unsere Vorstellung vom Kristallgitter von einigem Wert sein.

Der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft sei für die Unterstützung der Untersuchung besonders gedankt. Bei der Durchführung der Versuche hat der Institutsmechaniker, Herr Böhme, wertvolle Mitarbeit geleistet.

Anhang.

In Anlehnung an die vorliegende Untersuchung wurde an einigen Proben die Veränderung der Dichte durch Kaltverformung untersucht.

Von einem Kristallstab aus Messing mit 91 Gew.-% Kupfer, der bei 700° 2 St. homogenisiert war, wurden drei Proben von ∼ 9,3 mm Durchmesser und 14 mm Höhe hergestellt. Eine Probe bestand aus zwei Kristallen. Wie Tabelle 2 zeigt, wird die Dichte der Proben durch Stauchen annähernd proportional der Stauchung erhöht. Die größte Zunahme bei 70% Stauchung war 0,13%. Um den Stauchvorgang möglichst gleichmäßig zu gestalten, wurden die Versuche in kleinen Stufen durchgeführt und die Auflagerflächen jedesmal mit Vaseline geschmiert. Die Kristalle nahmen trotzdem

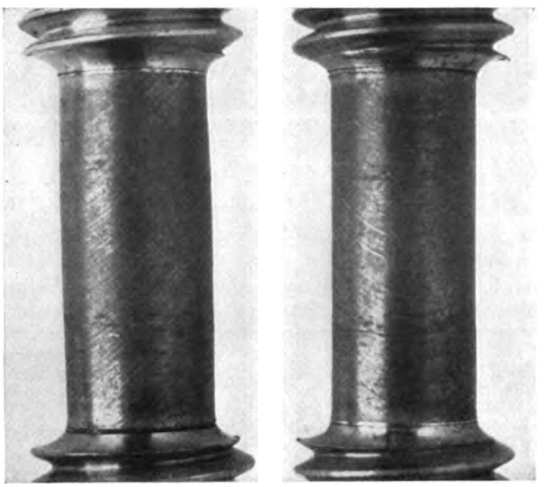


Abb. 22. Messingkristall-Probestäbchen nach Zug-Druckversuchen (zweifach vergrößert).

eine unregelmäßige Gestalt an. Abb. 23 zeigt die Stauchkurven, die das sehr gleichmäßige Verhalten der Proben erkennen lassen. Die aus zwei Kristallen bestehende Probe hatte einen nur wenig höheren Widerstand.

Durch Glühen der gestauchten Proben bei 600°, 2 St., wobei diese in mehrere neue Kristalle zerfielen, änderte sich die Dichte nicht mehr.

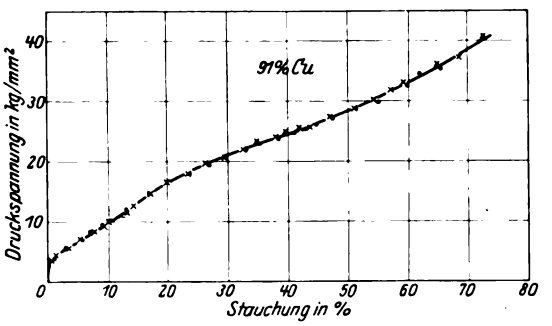


Abb. 23. Stauchkurven von zwei Probekörpern aus einem Messingkristall.

Die Dichteveränderungen sind vermutlich auf Schließung von Hohlräumen in den Kristallen durch das Stauchen zurückzuführen. Aus dem Schmelzfluß ausgeschiedene Kristalle geben beim Erstarren in der Regel gelöste Gase ab, die sich als Gasporen entsprechend Abb. 24 gesetzmäßig angeordnet im erstarrten Kristall vorfinden.

Tabelle 2. Dichteänderung von Messingkristallen durch Stauchen und Glühen.

Zustand	Dichte (je 3 Proben)	Dichteänderung gegenüber erstarrt %
Erstarrt	$8{,}80^{42} \pm 0^{14}$	—
Gestaucht 10%	$8{,}80^{60} \pm 0^{19}$	+0,02
„ 30% . . .	$8{,}80^{84} \pm 0^{05}$	+0,05
„ 70% . . .	$8{,}81^{54} \pm 0^{14}$	+0,13
Geglüht 600° C (2 St.)	$8{,}81^{54} \pm 0^{14}$	+0,13

[1] G. Sachs: Z. V. d. I. Bd. 71, S. 1511—1516. 1927.
[2] G. Masing: a. a. O.
[3] H. J. Gough, D. Hanson und S. J. Wright: a. a. O.

Digitized by Google

Einige Proben aus handelsüblichem Messing in feinkristallinem Zustand, die einer bei 500° (2 St.) geglühten Stange entnommen wurden, ergaben beim Stauchen entsprechend Tabelle 3 eine Dichteverminderung bis zu 0,05%. Die Versuchsergebnisse fielen in diesem Falle etwas unregelmäßig aus.

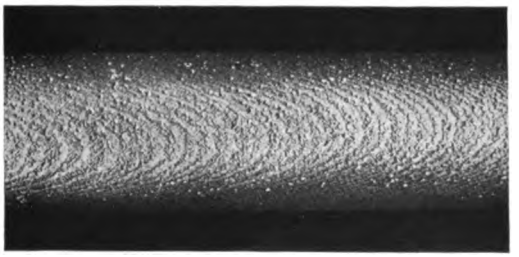


Abb. 24. Gasporen, in einem Messingkristall gesetzmäßig angeordnet (zweifach vergrößert).

Tabelle 3. Dichteänderungen von handelsüblichem Messing (mit 91% Kupfer) durch Stauchen.

Zustand	Dichte	Dichteänderungen gegenüber Ausgangszustand %
Geglüht 500° (2 St.) .	$8{,}79^{18} \pm 0^{08}$	—
Gestaucht 13% . . .	$8{,}78^{76} \pm 0^{08}$	—0,05
„ 30% . . .	$8{,}79^{26} \pm 0^{12}$	+0,01
„ 53%[1] . . .	$8{,}78^{90}$	—0,03
„ 71%[1] . . .	$8{,}78^{70}$	—0,05

Schließlich wurden noch an einigen Aluminiumkristallstäbchen von 5 mm Durchmesser die Dichteänderungen durch Wärmebehandlung und durch Dehnen bestimmt. Wie Tabelle 4 zeigt, ist die Dichte der Kristalle, wenn sie von 240 bis 300° C abgeschreckt werden, um 0,06% kleiner, als wenn sie von 380 bis 500° C abgeschreckt werden.

Tabelle 4. Dichteänderung von Aluminiumkristallen (mit 99,1% Aluminium) durch Wärmebehandlung.

Abgeschreckt von °C	Dichte (je 5 Proben)	Unterschied gegen vorhergehenden Versuch %
500	$2{,}709^{8} \pm 0^{0}$	—
380	$2{,}709^{7} \pm 0^{3}$	0,00
240	$2{,}708^{4} \pm 0^{2}$	—0,05
300	$2{,}707^{8} \pm 0^{1}$	—0,02

Bei höheren Temperaturen geht bekanntlich das Silizium in das Aluminium in feste Lösung ein, die beim Abschrecken zum Teil erhalten bleibt, während bei niedrigen Temperaturen das Silizium in elementarer Form ausgeschieden wird. Hierbei verringert sich also das spezifische Gewicht.

Durch Dehnen bis zur Einschnürung, wobei die fünf untersuchten, zum Teil sehr kurzen Proben sich allerdings nur um 6 bis 27% dehnten, wurde die Dichte nicht weiter verändert. Die Messung ergab $2{,}708^{1} \pm 0^{2}$.

Aus den Versuchen kann also geschlossen werden, daß die Dichte von kompakten Kristallen weder durch homogene Kaltverformung noch durch Rekristallisation um mehr als etwa $\pm 0{,}01\%$ verändert wird. Zum gleichen Ergebnis gelangte schon O'Neill[1] bei einer Untersuchung an Eisenkristallen, die gedehnt und gestaucht wurden.

[1] Eine Probe, in den übrigen Fällen je zwei Proben.

[1] H. O'Neill: J. Iron Steel Inst. Bd. 109 (I), S. 93—108. 1924.

Kerbwirkung in Technik und Wissenschaft.

Von **E. Seidl**[1], Berlin.

A. Einführung.

1. Begriff Kerb und Kerbwirkung.

Unter „Kerben" versteht man Einschnitte verschiedener Art und Größe, die an der Oberfläche oder im Innern von Materialien (Metallen, Gesteinen) auftreten (Abb. 1). Im weiteren Sinne versteht man darunter sowohl Haarrisse als auch unvermittelte Abstufungen des Querschnittes (Abb. 1e).

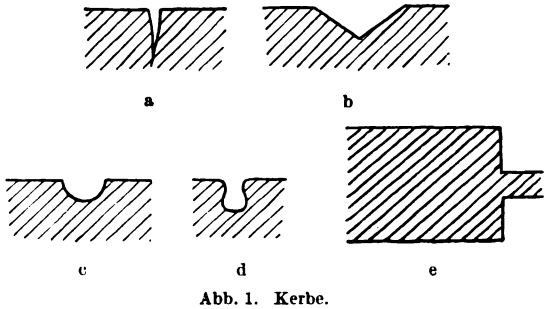


Abb. 1. Kerbe.
a und b spitze Kerbe; a als Haarriß endigend; c und d gerundete Kerbe; e unvermittelte Änderung des Querschnitts (Kerb mit rechtem Winkel, z. B. Welle).

[1] Original: Z. d. D. Geolog. Gesellschaft. Bd. 77, Abhandl. 3. 1925. Vortrag, gehalten in der Sitzung der Deutschen Geologischen Gesellschaft am 3. Juni 1925.

Erfahrungsgemäß beeinflussen derartige Kerbe im Falle der Beanspruchung der Materialien den Spannungszustand im Innern in der Weise, daß eine Konzentration der Spannungen im „Kerbgrunde" stattfindet. Sie führen z. T. auch zu einer Veränderung der Widerstandsfähigkeit („Festigkeit") der Materialien.

In der Technik schenkt man dieser „Kerbwirkung" aufmerksame Beachtung. Man kennt die „Herabsetzung der Festigkeit" durch Kerbwirkung; und man beabsichtigt, mit der Beseitigung der Kerben und der Kerbwirkung durch mechanische oder chemische Behandlung die „Festigkeit zu erhöhen".

Die wissenschaftliche Erforschung dieses Problems erstreckt sich auf die Feststellung der Beeinflussung des Spannungszustandes von Materialien durch Kerbe; sie erreichte durch Experimentieren eine gewisse Klärung des Festigkeits- und Bruchproblems, für das sich die richtige Erkenntnis der Kerbwirkung als förderlich ergibt.

Faßt man den Zustand eines gekerbten Stabes, der einer Beanspruchung ausgesetzt ist, ins Auge, so wird durch den Kerb der Spannungszustand des Stabes in folgender Weise beeinflußt.

Digitized by Google

Durch den Kerb ist an sich der „nutzbare Querschnitt" des Stabes vermindert. Die Wirkung, die diese Veränderung des Querschnitts auf den Spannungszustand und auf die Beanspruchbarkeit des Materials ausübt, bleibe hier jedoch völlig außer Betracht.

Eine weitere Veränderung des Spannungszustandes des Materials und seiner Widerstandsfähigkeit gegen Formänderung ergibt sich durch die spezielle Wirkung, die von dem Kerb als solchem ausgeht. Nur diese sei unter dem Begriff „Kerbwirkung" verstanden.

Man kann diese Kerbwirkung in zwei Stadien betrachten, die scharf auseinandergehalten werden sollten.

Zunächst entsteht im Grunde des Kerbs eine Konzentration von Spannungen. Erst in einem weiteren Stadium, bei anhaltender Beanspruchung, wirken sich diese Spannungen in einer „bleibenden Formänderung" aus.

Diese Einwirkung der Spannungen äußert sich in verschiedener Weise bei dem Material, je nachdem es gegenüber der Beanspruchung „spröde" oder „plastisch" reagiert.

Wie eine Kerbwirkung zustande kommt, könnte man sich durch folgendes Bild veranschaulichen:

Stellt man sich vor, daß die Linien der Spannungen, die in dem Stoff durch die Beanspruchung erzeugt werden, fließen wie die „Fäden" einer Flüssigkeit, so unterbricht die Einkerbung den glatten Fluß der Strömung; die „Stromlinien" drängen sich scharf um die Spitze des Kerbs herum unter starker Einwirkung auf das Material in der Nähe der Spitze[1].

2. Beseitigung von Kerben und Kerbwirkung.

Auch die Beseitigung der Kerbe spielt in der Technik eine bedeutsame Rolle.

Oberflächenkerbe.

Bei Oberflächenkerben kommen meiner Meinung nach hauptsächlich folgende Möglichkeiten durch mechanische oder chemische Einwirkungen in Frage (Abb. 2a bis d).

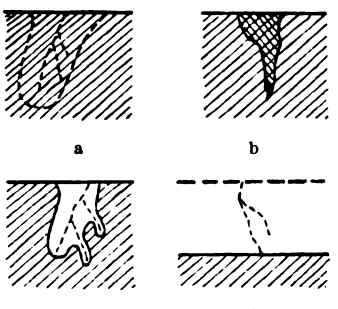


Abb. 2. Beseitigung der Kerben; Aufhebung der Kerbwirkung. a Ausfräsung und Plombierung des Kerbs; b Plombierung des Kerbs ohne vorhergehende Ausfräsung; c Ausätzung der Kerbstelle; d Beseitigung des Kerbs durch Abhoblung der Oberflächenschicht.

a) Ausfräsung des Kerbs und Plombierung der Höhlung derart, daß die alte Oberfläche des Materials wieder hergestellt wird.

Diese Behandlung dürfte, abgesehen von der Verringerung oder Beseitigung des Kerbs, insofern die günstigste Wirkung erzielen, als der alte Querschnitt des Materials wieder hergestellt wird und unvermittelte Querschnittsübergänge so gut wie völlig vermieden sind. Doch muß naturgemäß die Kerbfüllmasse dem Material des Mutterkörpers (in ihren elastischen Eigenschaften) gleichen und mit ihm (durch Verknetung, Verschweißung) zu einer Einheit verbunden werden — andernfalls kann wohl die Kerbwirkung nur zum Teil aufgehoben werden (s. die Bedeutung von Zonen der Inhomogenität, Abschnitt II B, 1, α, β, Mineralien und Gesteine, S. 125).

b) Plombierung des Kerbs, ohne daß der Kerbgrund vorher ausgefräst worden ist.

In diesem Falle ist zwar auch der alte Querschnitt des Materials wieder hergestellt, doch erscheint, wofern nicht eine restlose Ausfüllung der äußersten in Haarrisse auslaufenden Endigung des Kerbs erzielt wird, die Beseitigung der Kerbwirkung als sehr unvollständig.

c) Beseitigung der scharfen Kerbspitzen und damit Milderung des Kerbs durch mechanische Behandlung oder durch Ätzen.

d) Beseitigung der ganzen die Oberflächenkerben enthaltenden Zone.

In diesem Falle würde das Material eine Verminderung des Querschnitts erleiden, ohne daß sich immer eine völlig kerbfreie neue Oberfläche ergibt, da unter Umständen innere Fehlstellen bloßgelegt werden.

Innenkerbe.

Auch die im Innern mancher Stoffe auftretenden Kerbe lassen sich schließen.

In der Technik kann bei einem Material, das sich gegenüber Druckbeanspruchung plastischer als gegen Zug verhält, durch Kompression eine Abschwächung der inneren Kerbwirkung erzielt werden. Hierauf beruht möglicherweise mit die Bedeutung der mechanischen Bearbeitung in der Technik durch Walzen, Pressen, Schmieden usw.

B. Kerbwirkung.

Über Kerbe und Kerbwirkung — womit zugleich Festigkeits-, Bruch- und Plastizitätsprobleme angeschnitten werden — habe ich mir auf Grund der vorliegenden umfangreichen Literatur und durch eigene Anschauung, unterstützt durch wertvolle Unterhaltungen mit meinen wissenschaftlichen Freunden[1], folgendes Urteil gebildet.

I. Erstes Stadium der Kerbwirkung — Konzentration von Spannungen im Kerbgrunde.

Die Spannungen, die bei der Beanspruchung von Materialien auftreten, vermag man bei durchsichtigen Stoffen (Glas, Zelluloid, Zellon, Steinsalz) durch Betrachtung der Stoffe im polarisierten Licht festzustellen.

Die Doppelbrechung, die beobachtbar ist und die sich in einer verschiedenartigen Tönung äußert, ist je nach der Stärke der Beanspruchung verschieden.

Die Einwirkung von Einkerbungen bei der Biegung auf den Verlauf der „spannungsfreien Linie" ersieht man aus den Abbildungen zweier verschieden geformter Zelluloidbügel, die auf Biegung beansprucht sind[2]. Bei

[1] Angeregt durch Herrn G. Sachs.

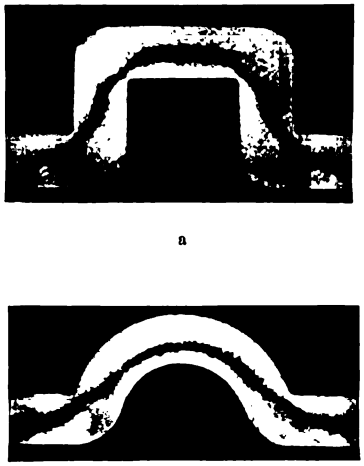
[1] Dr.-Ing. Georg Sachs, Mitarbeiter am Kaiser-Wilhelm-Institut für Metallforschung, Berlin; Prof. Dr. Ernst Schiebold, Leipzig, seinerzeit Mitarbeiter am Kaiser-Wilhelm-Institut für Metallforschung, Berlin; Bergrat Kurt Seidl, Breslau.

[2] Nach O. Hönigsberg: Unmittelbare Abbildung der neutralen Schichten bei Biegung durchsichtiger Körper in zirkularpolarisiertem Licht. Intern. Verband für die Materialprüfung der Technik, Brüsseler Kongreß 1906.

Digitized by Google

dem rechtwinklig geschnittenen Bügel (Abb. 3a) sieht man, daß an allen Stellen der rechtwinkligen Einkerbung die spannungsfreie Linie dicht an die Kerbspitze herangeht. Es bedeutet dies, daß dort die Spannungen besonders hoch sind.

Im Gegensatz hierzu verläuft bei dem gerundeten Bügel (Abb. 3b) die neutrale Linie — außer an den beiden noch verbliebenen rechtwinkligen Kerbstellen — annähernd in der Mittellinie des Querschnitts, eine gleichmäßige Verteilung der Spannungen kennzeichnend.



a

b

Abb. 3. Spannungszustand eines auf Biegung beanspruchten Zelluloidbügels. (2/3 nat. Größe.) Gekennzeichnet durch photographische Aufnahme der Interferenzfarben-Unterschiede im polarisierten Licht. Unterbrechung der „spannungsfreien Linie", die in der Abbildung dunkel erscheint, bei dem rechtwinklig geschnittenen Bügel *a*; ruhiger Verlauf derselben bei dem gerundeten Bügel *b*.

Ein weiteres anschauliches Beispiel der Beeinflussung der inneren Spannungen eines Zellonplättchens durch einen Kerb zeigt die in gleicher Weise hergestellte photographische Aufnahme, die Abb. 4 wiedergibt[1].

Gleiche Schattierungen der Abbildung zeigen gleichartige Interferenztönungen an und bedeuten also annähernd gleiche Werte des Spannungszustandes.

Im Maschinenbau werden neuerdings in dieser Weise an Zelluloidmodellen die in Maschinenteilen zu vermutenden Spannungen beobachtet[2].

Die Verteilung der Spannungen in gekerbten Metallstäben ist verschiedentlich durch Messung ihres elastischen Verhaltens festgestellt worden. Die von Preuß unter Anwendung von Meßspiegeln bei Kerben verschiedener Tiefe und verschiedener Ausrundung des Kerbgrundes erzielten Ergebnisse veranschaulicht Abb. 5[3].

Über jeder Stelle des engsten Querschnittes der einzelnen dem Versuch dienenden eingekerbten Flachstäbe (Flußeisen) ist die Größe der Längsspannung graphisch aufgetragen.

Man sieht, daß die Spannung am Kerbgrunde erheblich größer ist als in der Mitte des Stabes. Man sieht ferner, daß es nicht die Tiefe des Kerbs ist, welche die größten Spannungsunterschiede hervorruft, sondern daß diese besonders von dem Grad der Zuspitzung (Verhältnis zwischen Breite und Tiefe des Kerbs) abhängen. Insbesondere fällt auf, daß ein runder Kerb eine geringere Wirkung als ein spitzer ausübt. Es vermindert also die Ausrundung eines spitzen Kerbs die Kerbwirkung.

[1] Untersuchung von Herrn E. Schiebold.

[2] W. Birnbaum: Optische Untersuchung des Spannungszustandes in Maschinenteilen mit scharfen und abgerundeten Ecken. Z. techn. Phys. 1924, S. 143.

[3] Vgl. G. Sachs: Grundbegriffe der mechanischen Technologie der Metalle. S. 85. Leipzig: Akad. Verlagsges. 1925.

Exakter ausgedrückt bedeutet dies nach den zusammenfassenden Betrachtungen von G. Sachs folgendes[1]:

Der Unterschied zwischen der Spannung im Kerbgrunde und der mittleren Spannung des Stoffs bei sonst unveränderten Abmessungen wächst

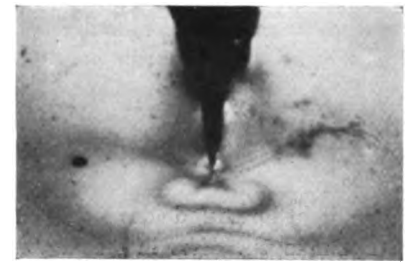
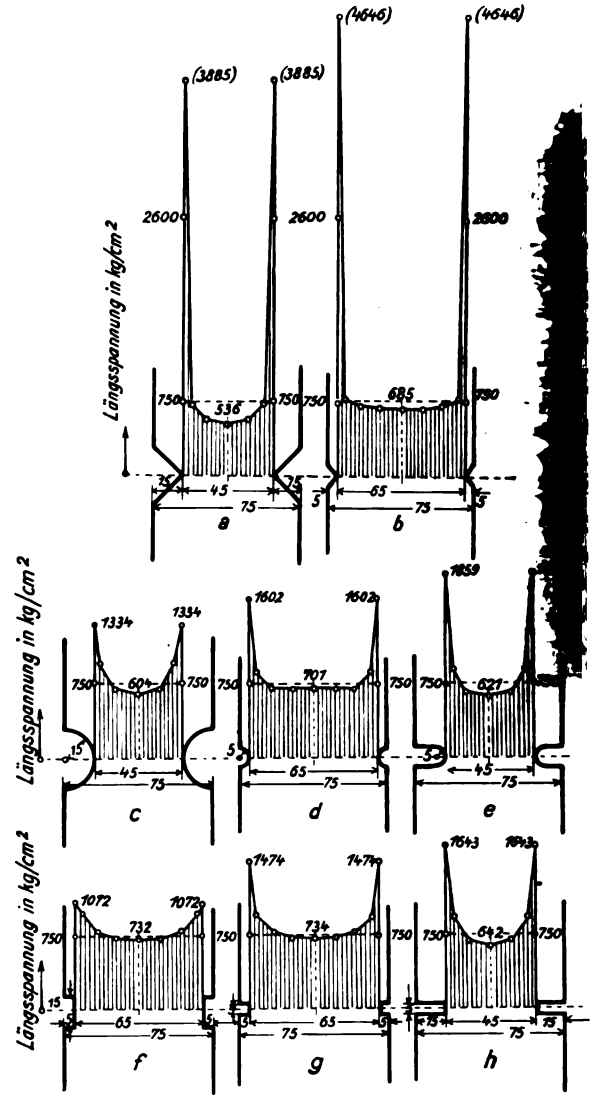


Abb. 4. Spannungszustand an der Kerbspitze eines eingerissenen Zellonplättchens (30mal vergrößert). Gekennzeichnet durch photographische Aufnahme der Interferenzfarben-Unterschiede im polarisierten Licht.



Nach G. Sachs. Mech. Techn. d. Met. Akad. Verlagsges., Leipzig.

Abb. 5. Spannungsstörungen durch Kerbe in elastisch gedehnten Zugstäben. Nach Versuchen von Preuß.

a) mit der Verkleinerung des Abrundungsradius;

b) mit der Zunahme des Verhältnisses von Kerbtiefe zur Stärke des übrigen ungestörten Querschnitts;

c) mit der Verringerung der Abmessungen eines Kerbs einer bestimmten Form.

[1] G. Sachs; a. a. O. S. 86 in etwas anderer Fassung.

Digitized by Google

II. Zweites Stadium der Kerbwirkung — Auslösung der Spannungen des Kerbgrundes.

1. Stoffe im Falle spröder Reaktion.

Materialien, welche unter der ihnen auferlegten Beanspruchung spröde reagieren, reißen, wenn die Anhäufung der Spannungen im Grunde eines Kerbs ein gewisses Maß überschreitet, ein und brechen daher bei Anwesenheit von Kerben leichter als ungekerbte Proben.

a) Beispiele aus Praxis und Wissenschaft.

Erfahrungen der Praxis und Versuche mit spröde reagierenden Stoffen — Metallen und Gesteinen —, die Kerben verschiedener Art enthalten, besagen im einzelnen folgendes:

α) Metalle.

Sichtbare Risse in Maschinenteilen muß man ausbessern, wenn man vorzeitigen Brüchen vorbeugen will.

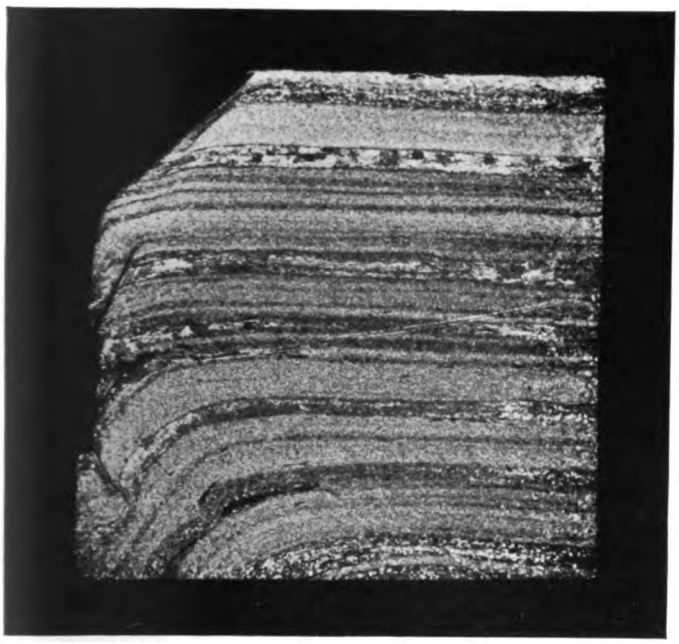


Abb. 6. Einreißen — Aufblättern — eines schweißeisernen Kesselblechs längs zu stark phosphorhaltigen Schichten (4mal vergrößert). Ausgehend von Störungsstellen, die durch fehlerhaftes Abscheren entstanden sind.

Es geschieht dies bei Gußeisen in der Weise, daß die Rißzone ausgemeißelt und die Höhlung mit Metall der gleichen Art zugeschweißt wird.

Abb. 6 zeigt die Aufblätterung eines Kesselblechs aus Schweißeisen (mit ausgeprägter Schichtung infolge unterschiedlichen Phosphorgehalts) auf Schichtfugen, die sich durch Einreißen bei fehlerhaftem, abscherendem Zerschneiden ergab.

Abb. 7a zeigt einen von einer schadhaften Oberflächenstelle ausgehenden Querriß einer Flußeisenstange, der zum Bruch führte, während die daneben befindliche Schweißstelle unversehrt blieb. Die vergrößerte Aufnahme des Risses (Abb. 7b) läßt erkennen, wie dieser als Haarriß fortschreitet, indem er, z. T. den Schichtflächen des Materials folgend, treppenförmig absetzt.

Die Gefährlichkeit von Haarrissen (Abb. 8) hat man früher unterschätzt.

Bei der Bearbeitung von Edelstahlblöcken gab es infolgedessen anfangs übermäßig viel Ausschuß. Die meisten vorgewalzten Blöcke zerspleißten beim Weiterwalzen, ausgehend von langen Haarrissen (die mit dem bloßen Auge nicht zu sehen, aber 5 bis 20 cm lang und $^1/_2$ bis 1 cm tief waren). Die Blöcke mußten daher einer Vorbehandlung unterworfen werden. Die Risse wurden zunächst (durch Beizen) sichtbar gemacht und dann mit Preßluftmeißeln so lange bearbeitet, bis der Span nicht mehr aufplatzte. Das dann verwalzte Material ergab einwandfreien Edelstahl.

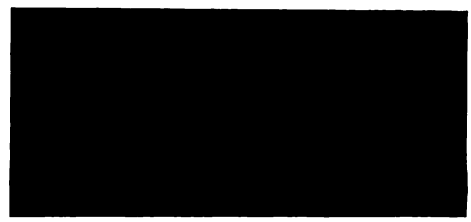


Abb. 7a. Oberflächenfehler, der bei normaler Beanspruchung des Materials (Flußeisen — Stange) neben einer Schweißstelle zum Bruch führte. (Vergr. Aufnahme s. Bild 7b.) Reißzone unter einem Winkel von 50—60° zur inneren Struktur.

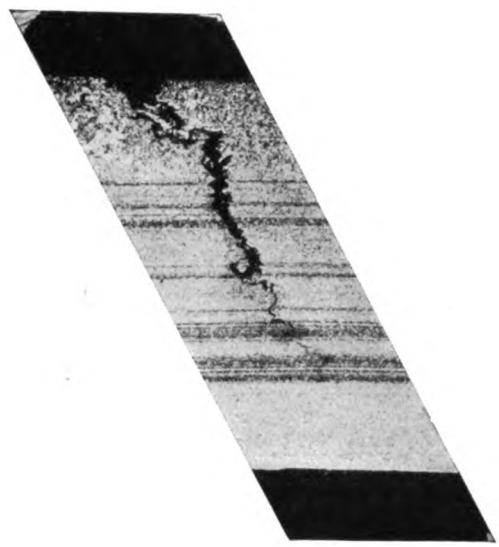


Abb. 7b. Fortschreiten des Kerbs (Bild 7a) als Haarriß in Absätzen, zum Teil längs der Schichtung.

Selbst hochglanzpolierte Wellen, von denen man lange Zeit annahm, daß sie wirksame Risse nicht mehr enthalten, werden neuerdings geätzt. Man erreichte dadurch oft die erstaunliche Wirkung, daß, als Folge der Ausrundung der Haarrisse, die „Festigkeit“ um 30% „erhöht“ wurde[1].

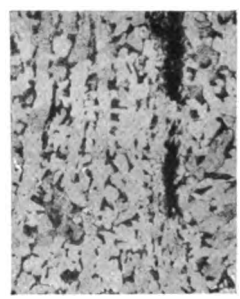


Abb. 8. Haarriß (innere Fehlstelle im Gußmaterial: Flußeisen).

Analoge Wirkungen von Haarrissen, die von schadhaften Oberflächenstellen, insbesondere von den Korngrenzen ungünstig gelagerter, spröde reagierender Kristalle aus-

[1] Briefliche Mitteilung von Direktor E. Roth, Lautawerk, Lausitz.

Digitized by Google

gehen, sind u. a. beim Kaltwalzen von Aluminium und von Kupfer beobachtet[1].

Ein besonders eindrucksvolles Zeichen von Kerbwirkung bietet das als „season cracking" in der Metallkunde bekannte spontane Aufreißen gezogenen oder gepreßten Metalls unter Knall, das infolge des Verarbeitungsprozesses unter starken inneren Spannungen steht (Abb. 9)[2]. Es genügt schon die scheinbar geringe — tatsächlich aber konzentrierte — Spannung kleiner Kerbe, um plötzlich die zerstörende Entspannung hervorzurufen.

Abb. 9. Preßbarren aus α = Messing, der beim Herausnehmen aus dem Rezipienten infolge innerer Spannungen aufblätterte. (Lin. Vergr. 0,17.)

Eine unvermittelte Änderung des Querschnitts beanspruchter Materialteile sucht man möglichst zu vermeiden. Bei Wellen (Abb. 1e) führt sie erfahrungsgemäß an der Stelle des scharfen Übergangs vom größeren zum kleineren Durchmesser im Betriebe zum Bruch. Wellen, die vollständig im kleineren Durchmesser ausgeführt sind (die also die früher sogenannte „Verstärkung" nicht erfahren haben), halten die gleiche Beanspruchung aus, ohne zu brechen.

[1] E. Seidl, E. Schiebold: Das Verhalten inhomogener Aluminium-Gußblöckchen beim Kaltwalzen. Makroskopische Beobachtung der Einstellung einer Walztextur. Z. Metallkunde 1925, S. 226ff.; Sonderdrucke Kommissionsverlag Max Weg, Leipzig. Mitt. Materialpr.-Amt u. K.-W.-I. f. Metallforsch., Sonderheft II, S. 127ff. 1926. — Das Verhalten von Industriekupfer bei der Beanspruchung, erläutert bei Kaltbehandlung. Z. Metallkunde 1926, S. 241ff.; Sonderdrucke Kommissionsverlag Max Weg, Leipzig. Mitt. Materialpr.-Amt u. K.-W.-I. f. Metallforsch., Sonderheft III, S. 42/67. 1927.

[2] Bild aus J. Czochralski: Moderne Metallkunde, S. 279, Abb. 294. 1924.

In der Maschinentechnik ist man nunmehr planmäßig bemüht, „Wege zur Herabsetzung der Kerbwirkung"[1] zu finden. So hat H. Kändler Stäbe aus Stahl mit Rund- und Spitzkerben nach verschiedener mechanischer und chemischer Bearbeitung auf ihre „Dauerfestigkeit" (d. i. oftmals wiederholte Beanspruchung mit einer Last, die einen gewissen Betrag unter der einmalig getragenen Höchstlast liegt) geprüft.

Von dem erzielten Zahlenmaterial dürfte folgendes interessieren: Die Bruchschlagzahl wurde bei abgedrehten und bei polierten Stäben aus Stahl mit Rundkerben nach Behandlung mit verdünnter Säure um 40% bzw. um 27% erhöht. Bei Proben, die Spitzkerben enthielten, ergab sich nach längerem Ätzen mit konzentrierter Säure eine Erhöhung der Dauerschlagszahl bis zu 116%.

Bemerkenswert erscheint mir, daß dabei, wie aus Abb. 10a und b hervorgeht, die Ausrundung und Verbreiterung des Kerbgrundes weit energischer als das Abrunden von Erhöhungen erfolgt.

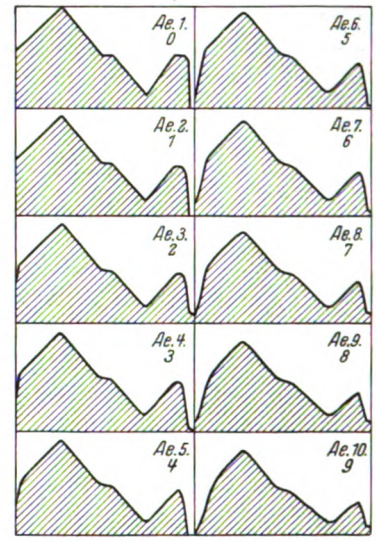


Abb. 10a. Verschiedene Stufen der Ätzwirkung einer mit scharfkantigem Buckel und mit Kerb versehenen Metalloberfläche.
0. Ausgangsstadium, 9. Endstadium. Auffällig starke Ausrundung des Kerbgrundes gegenüber nur geringer Rundung der Buckelspitze.

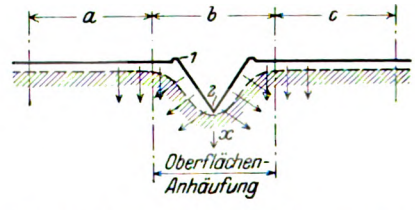


Abb. 10b. Theoretischer Ätzvorgang bei einer Kerbfurche.
Punktierte Linie: Vermuteter Verlauf der Kerbfurche nach erfolgter Ätzung. 1. Aufgeschmierte Randwulste.

Ich vermute jedoch, daß eine besonders schädliche Kerbwirkung eintritt, wenn der Winkel des Einschnitts die inneren Strukturflächen des Materials zerschneidet, wie dies z. B. bei unsachgemäß gestanzten Messingkörpern der Fall ist.

Hingegen dürfte in dem durch Abb. 11 gekennzeichneten Falle, wo ein Flußeisenstäbchen in glühendem Zu-

[1] H. Kändler: Neue Wege zur Herabsetzung der Kerbwirkung. Z. techn. Phys. 1924, S. 150, Abb. 3 u. Tafel VI, Abb. 1.

Digitized by Google

stand zu einer Niete geformt wurde, wobei das innere Gefüge des Metalls sich der Einkerbung anpassen konnte, die Kerbwirkung geringer sein.

β) Mineralien und Gesteine.

Unter den Erfahrungen, die mit Mineralien und Gesteinen verschiedener Art gemacht wurden, dürften folgende von besonderem Belang sein.

Bei natürlichen oder künstlichen Gesteinen, die als Baumaterial dienen, gehen Brüche infolge von Überlastung erfahrungsgemäß von Kerbstellen aus[1].

Abb. 11. Kopf einer Niete als Beispiel für die homogene Formung der inneren Struktur gegenüber der äußeren Gestalt. Die unvermittelte Änderung des Querschnitts dürfte, da die innere Struktur sich ihr anpaßt, nicht in vollem Maße als Kerb wirken.

Durch Verputzen poröser Gesteine oder durch Polieren dichter Bausteine läßt sich deren Beständigkeit erheblich erhöhen. Diese Wirkung ist naturgemäß, abgesehen von der Beseitigung der mechanischen Kerbwirkung, auch darauf zurückzuführen, daß eine glatte Oberfläche den Atmosphärilien und Flüssigkeiten nur eine geringe Angriffsmöglichkeit bietet.

Bei Steinbruchsarbeiten erzielt man bekanntlich überraschende Erfolge mit verhältnismäßig kleinen Kerben, in die man Keile treibt.

Da die Wirkung vielfach auf „innere Spannungen" zurückgeführt wird, die angeblich das bearbeitete Gestein enthalten soll, so sah ich mir u. a. die Bearbeitung von Blöcken in einigen Granitbrüchen an[2]. Ich hatte den Eindruck, daß die bloßliegenden Gesteinspartien schon entspannt seien, auch wurde mir von dem langjährigen Werkführer versichert, daß bergschlagähnliche Entspannungen in diesen Brüchen nicht beobachtet worden seien.

Der in Abb. 12 wiedergegebene bearbeitete Gesteinsblock bestand aus Granit von feinem, sehr gleichmäßigem Korn und hatte die Abmessungen von 1,5 m × 0,6 m × 0,3 m. Auf der breiten Oberfläche waren in regelmäßigen Abständen von 10 cm 14 Kerbe von 3,5 cm Tiefe und 1,2 cm oberer Breite der aus Abb. 13 ersichtlichen Form mit einem scharf zugespitzten „Spitzeisen" hergestellt.

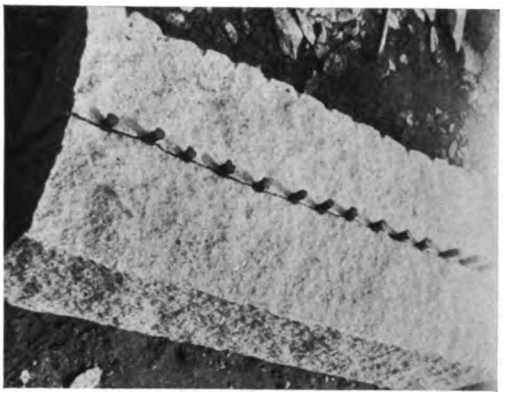
Es genügten zwei leichte Schläge auf jeden Keil mit einem Hammer von 50 × 50 qmm Grundfläche, um den 30 cm dicken Block mit scharfer Fläche zu zerspalten. Die Zerteilung fand in diesem Falle nicht in einer der „bevorzugten" Richtungen des Granitmassivs statt.

[1] A. Hänisch: Resultate der Untersuchungen mit Bausteinen der österreichisch-ungarischen Monarchie. Wien 1892. M. Gary: Mitt. Kgl. Techn. Versuchsanstalten, Berlin 1897, 1898 u. 1900.

[2] Granitbrüche der Reut bei Schamles-Gottesberg und am Luisenberg bei Wunsiedel (Fichtelgebirge).

Mit Kerbwirkung kann man sich dieses überraschende Ergebnis leichter erklären als bisher.

Die Bedeutung der Kerbwirkung für die natürliche Zerspaltung zutage tretender Granitmassen kann man sich folgendermaßen klarmachen.



Phot. Stud. Thieling

Abb. 12. Zerspaltung eines Granitblocks durch Kerbe von 3 cm Tiefe. Größe des Blocks 1,5 × 0,6 × 0,3 m; Abstand der 14 Kerben je 10 cm. An der oberen Kante des Blocks sieht man, daß dieser von einem größeren Granitstück durch ebensolche Kerbe abgetrennt ist.

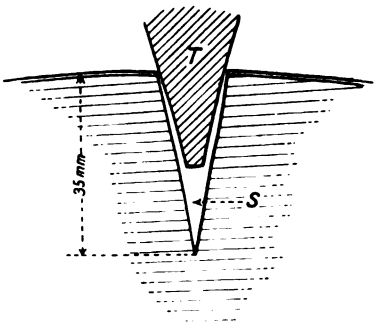


Abb. 13. Mit Spitzkeil ausgearbeiteter Kerb (*S*), in dem der Treibkeil (*T*) sitzt (1/4 nat. Größe).

In den Abbildungen 14a und b sieht man einen durch 10 cm tiefe Kerben zerspaltenen Granitblock von 4 m Höhe, der in einer der Hauptspaltrichtungen durch Einkerbung der Randzone (Kerbtiefe 10 cm) zerspalten wurde. Im Hintergrund erkennt man einen anderen durch natürliche Zerspaltung in derselben Hauptspaltrichtung zerteilten Granitblock, der unmittelbar unter der Tagesoberfläche liegt. Die ehemals wohl glatte Spaltfläche ist inzwischen durch Verwitterung etwas gerundet[1]. Es geht daraus hervor, daß in diesem Falle verhältnismäßig geringe Kräfte dazu gehörten, um die natürliche Zerspaltung zu bewirken.

Höchst bemerkenswert erscheint das unterschiedliche Verhalten geschichteter gegenüber homogenen Gesteinen bei derselben Beanspruchung unter allseitigem (Flüssigkeits-) Druck.

A. Föppl[2] hat festgestellt, daß homogene Gesteine und Zement in diesem Falle im Innern völlig unversehrt

[1] H. Cloos: Einführung in die tektonische Behandlung magmatischer Erscheinungen (Granittektonik). I. Spez. Teil: Das Riesengebirge in Schlesien, Bau, Bildung und Oberflächengestaltung. Berlin: Gebr. Borntträger 1925. Enthält interessante Abbildungen derselben Erscheinung.

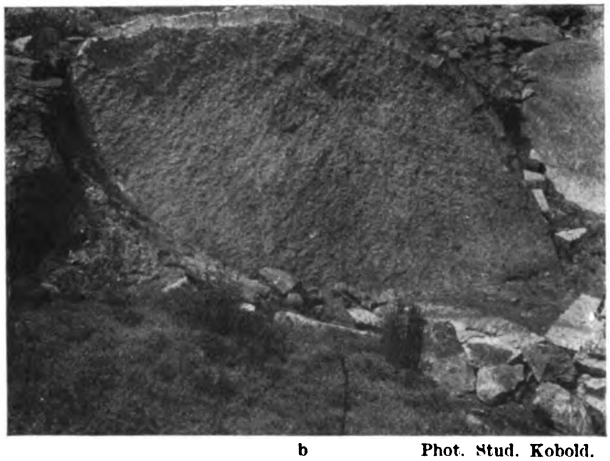
[2] A. Föppl: Druck und Umschlingungsdruck. Mitt. mech.-techn. Laborat., München H. 27, S. 20ff., Abb. Tafel II. 1900; J. Bauschinger: Mitt. mech.-techn. Laborat., München, H. 4. 1874.

Digitized by Google

blieben, während geschichteter Sandstein längs den Schichtflächen in Scheiben zerbrach (Abb. 15).

Faßt man den Begriff Kerb sehr weit und versteht darunter auch Grenzzonen des Wechsels der Homogenität des betreffenden Stoffs, so erklärt sich dieses Verhalten des Sandsteins ohne weiteres durch die von diesen — Inhomogenitätszonen, also Kerben darstellenden — Schichtflächen ausgehende Kerbwirkung.

a Phot. Stud. Kobold.



b Phot. Stud. Kobold.

Abb. 14. Granitblock (4 m hoch), zerspalten durch einen Saum von Kerben, die mit Werkzeugen (10 cm tief) ausgearbeitet sind. Über diesem Block ein etwa ebenso großer Block (scheinbar kleiner, weil weiter entfernt), der wahrscheinlich durch natürliche Zerspaltung eines größeren Blocks in derselben — bevorzugten — Richtung des Granitmassivs zerspalten ist.

Schließlich gehören hierher die Zugversuche mit Glasmasse, auf denen A. A. Griffith seine „Theorie des Bruches" aufgebaut hat[1], und die im Anschluß daran von Joffé angestellten Zugversuche mit Steinsalzkristallen.

Die beobachtete Festigkeit bei Glas war in diesem Falle:
wenn es sichtbare Risse nicht zeigte . . . 17,4 kg/qmm
bei einem sichtbaren Riß von 3,8 mm . . . 0,607 „
bei einem sichtbaren Riß von 22,6 mm . . 0,257 „

[1] A. A. Griffith: The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. Phil. Trans. (A) Bd. 221, S. 163—198. 1920.

Dünne Glasfäden, auf hohe Temperaturen angelassen und schnell abgekühlt, hatten eine bleibende Zugfestigkeit von:
in einem Falle . . . . . 370 kg/qmm
in einem anderen Falle . . . . . 600 „
(doch hielt dieser Zustand im letzteren Falle nur kurze Zeit an und die Festigkeit des Glases ging wieder herab).
Die theoretisch auf Grund molekularer Betrachtungen errechnete Festigkeit von Glas beträgt . . . . . 2000 „

Planmäßige Zugversuche, die A. Joffé[1] mit Steinsalzkristallen vornahm, haben folgendes ergeben:

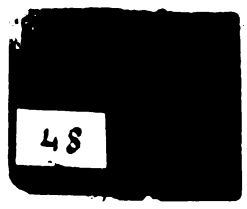
Steinsalzkristalle, die im ursprünglichen Zustand eine Zugfestigkeit von . . . . . 0,45 kg/qmm
hatten, wiesen, bei hohen Temperaturen verformt, die 12fache Festigkeit
und unter Wasser zerrissen angeblich sogar eine Zugfestigkeit von . . . . . 160 „
Die theoretisch errechnete Festigkeit von Steinsalz beträgt . . . . . 200 „

A. Joffé führt diese Annäherung der gemessenen an die theoretische Festigkeit auf die stetige Ablaugung feiner Kerben, die sich bei der Zugbeanspruchung auf der Oberfläche bilden sollen, durch das Wasser zurück.

Andere Forscher, deren Auffassung ich teile, erblicken darin nur eine Teilerscheinung verschiedener zusammenwirkender Einflüsse[2].

Diese im deutschen Salzbergbau übrigens seit alters bekannte Eigenschaft der sonst so spröden Steinsalzkristalle, sich unter Wasser schmiegsam formen zu lassen, wird von Bergleuten dazu verwertet, um Gegenstände für den Verkauf an Besucher der Bergwerke herzustellen.

a



b

Abb. 15. Unterschiedliches Verhalten dichter und geschichteter Gesteine unter allseitigem Flüssigkeitsdruck. a Dichter Zement (2000 atm) unverschrter Kern, nur die Ecken sind abgetrennt. b Geschichteter Sandstein (3455 atm), Zerteilung längs der Schichtflächen.

b) Technische und molekulare „Festigkeit"; Bruchtheorie rücksichtlich der Kerbwirkung.

Die technische Forschung interessiert Kerb und Kerbwirkung besonders auch unter dem Gesichtspunkt der „Festigkeit" der beanspruchten Stoffe. Doch ist Festigkeit, wie sie sich bei technischen Versuchen bisher ergab, nicht ein den beanspruchten Materialien an sich eignender Begriff, sondern eine von der Art der Beanspruchung und anderen Faktoren abhängige, für verschiedene Zustände eines und desselben Stoffes verschiedene Größe.

[1] A. Joffé in Gemeinschaft mit W. M. Kirpitschewa und M. A. Lewitzki: Deformation und Festigkeit der Kristalle. Z. Physik Bd. 22, Nr. 5, S. 286—302. 1924.

[2] W. Ewald und M. Polanyi: Plastizität und Festigkeit von Steinsalz unter Wasser. Z. Physik Bd. 28, S. 29—50. 1924.

Digitized by Google

Es sei daher hier auf die hochbedeutsamen Gedankengänge hingewiesen, mittels deren A. A. Griffith[1] — bei Betrachtung spröde reagierender Stoffe — das Problem der Kerbwirkung in das Bruchproblem einzufügen sucht, wodurch beide Probleme einer exakten Lösung nähergebracht werden.

Die als „technische Festigkeit" bezeichnete Festigkeit der in der Technik verwendeten Materialien hat A. A. Griffith u. a. durch die oben mitgeteilten Versuche an Glas zu ermitteln gesucht.

Aus molekularen und thermischen Betrachtungen schließt er, daß die molekulare Festigkeit etwa 20 bis 100mal größer sei als die beobachteten Werte der „technischen Festigkeit".

Der geringe Wert dieser technischen Festigkeit erscheint ihm nur dann erklärbar, wenn in dem festen Körper im Augenblick des Bruchs große lokale Anreicherungen von Energie (Spannungsenergie) vorhanden sind.

Dieses Erfordernis molekuarer und thermisch-energetischer Überlegungen begegnet sich mit der Tatsache, daß bei der Kerbwirkung eine Konzentration von Energien im Grunde des Kerbs festgestellt ist.

Die Kerbwirkung ist also, das geht aus diesen Überlegungen überzeugend hervor, eine derjenigen Wirkungen, welche — wohl in Verbindung mit anderen — die molekulare, einem Stoff tatsächlich eignende Festigkeit herabsetzt und bald diese, bald jene technische „Festigkeit" vortäuscht.

2. Stoffe im Falle plastischer Reaktion.

Auch über den Einfluß von Kerben auf Stoffe, die bei der Beanspruchung plastisch reagieren, liegen wertvolle Beobachtungen vor.

Die Erfahrungen mit Steinsalzkristallen, die im trockenen Zustand sich spröde, benetzt jedoch plastisch verhalten, sind schon erwähnt.

Planmäßige Studien, die A. Nádai „Über die unter einer Belastung sich bildenden Gleitflächen der festen Körper" in exakter Weise durchgeführt hat[2], bezeugen u. a., wie aus Abb. 16a und b augenscheinlich hervorgeht, daß bei Versuchskörpern, die gelocht oder gekerbt sind, von diesen Schwächezonen Gleitflächen ausgehen.

Äußerst anschaulich sind auch die Abbildungen, die Hartmann in seinem grundlegenden Werk über „Fließfiguren" (Gleitzonen) in beanspruchten Metallen beigegeben hat[3].

Die einfachste Deutung dieser Erscheinung erscheint mir die, daß man sie als einen Sonderfall der als allgemein gültig angesehenen Tatsache hinstellt, daß, wenn die Beanspruchung plastisch reagierender Materialien ein gewisses Maß überschreitet, das Material in erster Linie an der Einwirkungsstelle der größten Energien zum Gleiten kommt.

[1] A. A. Griffith: Zur Theorie des Bruches. Intern. Congres voor Technische Mechanica, Delft (Holland). A. Smekal: Technische Festigkeit und molekulare Festigkeit. Naturwissensch. 1922, S. 799; K. Wolf: Zur Bruchtheorie von A. Griffith. Z. ang. Math. Mech. Bd. 3, S. 107ff. 1923.

[2] A. Nádai: Über die unter einer Belastung sich bildenden Gleitflächen der festen Körper. Z. techn. Phys. 1924, S. 369, Abb. Tafel IX, Abb. 2 bis 6 und Tafel XI, Abb. 20.

[3] E. Hartmann: Distribution des Déformations dans les Métaux soumis à des Efforts. Paris-Nancy: Berger-Levrault & Cie., Libraires-éditeurs 1896.

Besonders einleuchtend erscheint mir die schon von E. Heyn[1] getroffene Feststellung, daß „bei geschmeidigen Materialien, z. B. bei Bleiproben ... das Material seine Formänderung so herbeizuführen sucht, daß der Kerb in seinem Grunde stärker abrundet, die Kerbwirkung also vermindert wird".

Im vorliegenden Falle ist die Einwirkungsstelle der Energien der Grund des Kerbs; dieser paßt sich dem Zwang der Energien schmiegsam an oder mit anderen Worten: der Kerbgrund stumpft ab, weitere Kerbwirkung vermindernd.

Es ruft also das Wegfließen an der Stelle der stärksten Energieanhäufung einen weitgehenden Ausgleich der Spannungen hervor.

a Verl. Joh. Ambr. Barth, Leipzig.

Abb. 16a. Fließfiguren auf gelochten und gekerbten Zugstäben aus Eisen.

Schließlich ist durch planmäßige Versuche an Metallen (eisernen Stäben und Klötzen) erwiesen, daß Einkerbungen im Bereich des durch die Einkerbung verminderten Querschnitts des Materials eine Erhöhung des Widerstandes gegenüber Zug (P. Ludwik, R. Scheu)[2] wie auch gegenüber Druckbeanspruchung (G. Sachs)[3], und zwar unter begleitenden Wirkungen verschiedener Art herbeiführen, die gleichbedeutend mit einer Erschwerung der Fließbewegung sind.

b

Abb. 16b. Wirkung eines zufälligen Bläschens in der Oberflächenschicht eines gedrückten Paraffinprismas.

C. Ergebnis.

Das Ergebnis dieser Betrachtungen ist folgendes:

1. Die Wirkung von Kerben, die in Stoffen verschiedener Art auftreten, spielt für ihr physikalisch-mechanisches Verhalten im Falle einer Beanspruchung eine bedeutende Rolle.

2. Die Kerbwirkung erfolgt in zwei Stadien; zunächst findet eine Konzentration der durch die Beanspruchung geweckten Energien im Grunde des Kerbs statt; sodann erfolgt, wenn ein gewisses Maß der Beanspruchung er-

[1] E. Heyn: Handbuch der Materialienkunde Bd. II A. Berlin 1913.

[2] P. Ludwik und R. Scheu: Über Kerbwirkungen bei Flußeisen. Stahleisen Bd. 43, S. 999—1001. 1923.

[3] G. Sachs: Über Kerbwirkungen beim Stauchversuch. Stahleisen Bd. 43, S. 1587. 1923.

Digitized by Google

reicht ist, eine Auslösung der angesammelten Energiemengen.

3. Die Konzentration von Spannungen im Kerbgrunde ist von der Art und Form des Kerbs abhängig; sie erfolgt am stärksten bei Kerben mit feinster Spitze.

4. Die Auslösung der Spannungen vollzieht sich in verschiedener Weise, je nachdem das Material — unter den sonst vorliegenden [durch seine Beschaffenheit, durch Temperatur, Druck (Durchtränkung mit Flüssigkeiten bei Salz und Eis), Tempo des Vorgangs bedingten] spröden oder plastischen Umständen — auf die Beanspruchung hin reagiert.

5. Bei spröde reagierenden Materialien bewirkt die Auslösung der im Kerbgrunde konzentrierten Spannungen ein weiteres Aufreißen des Kerbs, das vorzeitig zum Bruch des Materials führen kann.

In diesem Falle bedeutet also die Auslösung der Kerbwirkung eine „Herabsetzung der Festigkeit" des Materials.

6. Bei plastisch reagierenden Materialien verursachen die im Kerbgrunde konzentrierten Spannungen ein Fließen des Materials im Kerbgrunde. Dadurch entsteht, unter Ausrundung des Kerbs, ein Ausgleich der Spannungen. Der Widerstand des Materials gegen Formänderung — in dem durch den Kerb geschwächten Querschnitt — ist infolge der Gegenwirkung der benachbarten Materialteilchen erhöht.

7. Die Kerbwirkung läßt sich dadurch abschwächen, daß dem Kerbgrund eine weniger spitze Form gegeben wird. Sie läßt sich durch annähernde oder völlige Beseitigung des Kerbs (die auf mechanischem oder chemischem Wege erfolgt) zum großen Teil — vielleicht auch ganz — beseitigen.

8. Die Kerbwirkung hebt sich gewissermaßen selbst auf, wenn im zweiten Stadium der Wirkung durch Auslösung der Spannungen im Kerbgrunde spröde Stoffe zu zerbrechen oder plastische (unter Ausrundung des Kerbgrundes) zu fließen anfangen.

9. Ein „Kerb" liegt meiner Auffassung nach nicht nur im Falle einer offensichtlich kerbartigen Unterbrechung der Homogenität eines Materials vor, sondern sinngemäß auch dann, wenn der sonst leere Raum mit einer Masse ausgefüllt ist, die die Homogenität unterbricht. Mit Kerbwirkung in diesem weiteren Sinne ist also überhaupt bei Materialien, die aus verschiedenartigen Stoffen bestehen, längs der Grenzzone der verschiedenartigen Bestandteile zu rechnen.

10. Die Anwendung der in der Technik und durch wissenschaftliche Untersuchungen des Kerbproblems gewonnenen Erfahrungen auf dem Gebiet der Naturwissenschaften erscheint in erster Linie bei der (tektonischen) Geologie möglich. Denn die Beanspruchung geologischer Schichtenverbände und Gesteinsmassen unter tektonischen Einwirkungen unterscheidet sich nur der Größenordnung nach von den einer technischen Beanspruchung unterworfenen Körpern; sie muß sich nach den nämlichen physikalisch-mechanischen Gesetzmäßigkeiten vollziehen[1].

[1] Vgl. Original-Abh. E. Seidl: Kerbwirkung in Technik und Wissenschaft. Zeitschr. a. d. Geol. Ges. Bd. 77, Jg. 1925, Abhandl. 3. Sonderdr. Komm.-Verlag Max Weg, Leipzig.

Versuche zum Walz- und Schmiedevorgang.

Von **G. Sachs**[1].

Das Verhalten eines Werkstoffes bei einem Verarbeitungsvorgang ist im wesentlichen durch die Eigenschaften des Stoffes (bei der betreffenden Verarbeitungstemperatur) und durch die Beanspruchungsverhältnisse während der Verformung bestimmt.

Die Eigenschaften des gegossenen Materials hängen in erster Linie vom Gefüge, d. h. von der Gestalt und Anordnung der Kristalle, der chemischen Zusammensetzung des Gußstückes und seiner Dichtigkeit ab[2]. Und zwar ist nicht nur das Gefüge des Gußstückes maßgebend, sondern es sind auch die Veränderungen während der Verarbeitung zu berücksichtigen. Die Eigenschaften sind ferner von der Temperatur der Verarbeitung und vielleicht auch noch von der Geschwindigkeit der Verformung abhängig.

Bei einem Stoff von bestimmten Eigenschaften ist das Verhalten während der Verarbeitung streng genommen von der Beanspruchung jedes einzelnen Teilchens durch die Maschinen und Werkzeuge bestimmt. Den gesamten Beanspruchungszustand in einem Stoffe, der sich während der Verarbeitung von Augenblick zu Augenblick ändert, ganz zu übersehen, ist bisher jedoch unmöglich. Für die Praxis kommt es aber auch nur darauf an, zu wissen, unter welchen Umständen betriebsschädliche Beanspruchungen auftreten können, und Wege zu finden, sie zu vermeiden, um den Abfall und damit die Erzeugungskosten herabzudrücken. Manche dahingehende Frage läßt sich nun schon, wie die folgenden Ausführungen zeigen sollen, beantworten, wenn die Gestaltveränderungen bei der Verarbeitung und die damit verbundenen Materialverschiebungen einer genaueren experimentellen Untersuchung unterworfen werden[1].

Die Materialverschiebungen beim Schmieden und Walzen sind trotz der hohen praktischen Bedeutung solcher Untersuchungen noch wenig erforscht. Verschiedene eingehende Betrachtungen über den Materialfluß beim Schmiedevorgang und beim Walzen von Blechen[2] gehen vom gewöhnlichen Druckversuch aus.

[1] Original: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 189/95. 1927.

[2] O. Bauer und G. Sachs: Metall Erz Bd. 24, S. 154/64. 1927.

[1] Vgl. G. Sachs und E. Seidl: Naturwissensch. Bd. 13, S. 1032/40. 1925.

[2] A. Falk: Stahleisen Bd. 32, S. 816/22 u. 863/67. 1912; F. Riedel: Forschungsarb. V. d. I., H. 141. 1913; Ber. Walzwerkaussch. V. D. E. Nr. 27. 1923; Z. V. d. I. Bd. 66, S. 566/71. 1922; W. Tafel: Walzen und Walzenkalibrieren, 2. u. 3. Aufl. Dortmund 1923; Stahleisen Bd. 34, S. 481/87, 574/78. 1914; Ann. Physik (4) Bd. 78, S. 465/97. 1925; W. Tafel und H. Sedlaczek: Stahleisen Bd. 45, S. 190/93. 1925; E. Siebel: Maschinenbau Bd. 2, S. 307/12. 1922/23; Stahleisen Bd. 43, S. 1295/1300. 1923; Ber. Walzwerkaussch. V. D. E. Nr. 37. 1924; Stahleisen Bd. 45, S. 1563/66. 1925; P. H. Schweißguth: Schmieden und Pressen. Berlin 1923; Z. V. d. I. Bd. 62, S. 281. 1918.

Digitized by Google

dessen Ähnlichkeit mit dem Walzvorgang und selbst mit dem Schmiedevorgang jedoch nur sehr bedingt ist. Jedenfalls ist bisher der Nachweis nicht geführt worden, daß die Gesetze des Druckversuches sich auf diese Verarbeitungsvorgänge übertragen lassen; und die im folgenden beschriebenen Versuche lehren, daß es wenigstens für ein tieferes Verständnis des Walzens notwendig ist, das Experiment stärker den wirklichen Beanspruchungsverhältnissen anzunähern, als es an Hand gewöhnlicher Druckversuche möglich ist.

Walzen von Blechen.

Die Ausbildung der Gestalt eines Walzbleches ist im wesentlichen von den geometrischen Verhältnissen des Vorganges abhängig. Je nach der Größe der Probe und dem Verhältnis zwischen den Abmessungen des Walzgutes und den Durchmessern der Walzen fallen die Gestalt eines Walzbleches und damit auch die Materialverschiebungen verschieden aus.

Über den Einfluß der Länge des Walzgutes geben Abb. 1 und 2 Aufschluß[1]. Aus ihnen geht zunächst hervor, daß bei einem Längsschnitt in den mittleren Teilen des Bleches alle senkrechten Querschnittsfasern gleichartig verformt, also auch gleichartig beansprucht werden. Dabei ist die Gestalt der Enden (bei den gewählten Streifenlängen) gänzlich unabhängig von ihrer Länge; an ihrer Ausbildung ist also nur eine verhältnismäßig geringe Materialmenge beteiligt.

Denkt man sich einen Augenblick des Walzvorganges festgehalten, so wird es klar, daß ein Materialstreifen, der gerade von den Walzen zusammengedrückt wird, nur dann einen Beitrag zur Ausbildung der Enden liefern kann, wenn er in ihrer nächsten Nachbarschaft liegt. Bei einiger Entfernung der gedrückten Stelle von den Enden verhindern die im Augenblick unbeanspruchten Teile des Bleches wie starre Widerlager unterschiedliche Längungen einzelner Querschnitteile und sind die Ursache, daß die Verformung beim Walzen (wie die Lage der ursprünglich senkrechten Marke in Abb. 1 beweist) wesentlich ein gleichmäßiges Herunterstauchen ist. Die eigenartige Ausbauchung der Kupferbolzen in Abb. 2 ist wohl als Knickerscheinung zu deuten[2]. Nur die unmittelbar an den Walzen anliegenden Teile werden von diesen infolge der Voreilung[3] des Bleches gegen die Walzen nach hinten verschoben, und zwar ebenfalls, wie Abb. 1 und 2 zeigen, ohne daß sie hierdurch stärker gelängt sind als dazwischenliegende Teilchen. Das gleiche gilt sinngemäß auch für das Ziehen, Pressen und Schmieden. Die in der Praxis vielfach vertretene Anschauung, daß dem Material bei diesen Verarbeitungsvorgängen sozusagen eine Haut übergezogen wird[1], die hauptsächlich für die Längung des Gutes verantwortlich gemacht wird, ist daher nicht zutreffend. Allerdings sind die Oberflächenschichten bei kaltgewalztem Material gegenüber dem Innern infolge der zusätzlichen Verschiebungen härter[2] und auch nach einigen Beobachtungen rekristallisationsfähiger, aber im allgemeinen nur um einen geringen Betrag. Ähnliches gilt für gezogenes Material. So wurde bei einem Messingrundstab von 45 mm Dmr. im Innern eine Kugeldruckhärte von 112 Härteeinheiten, 3,5 mm vom Rande entfernt eine Härte von 122 und auf dem abgeschmirgelten Umfang eine Härte von 127 Einheiten festgestellt. Bei einem Kupferstab von 30 mm Dmr. waren die äußersten Werte 82 und 86 Härteeinheiten, die Unterschiede also gering[3].

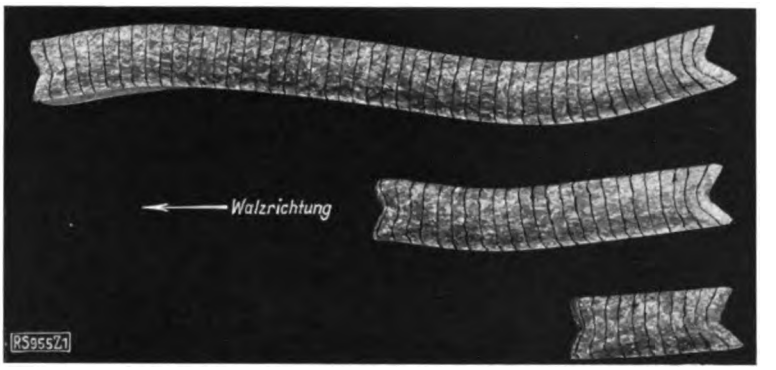


Abb. 1. Gewalzte Aluminiumproben verschiedener Länge. Die Ausbildung der Enden ist bei allen Proben gleichartig. $^{6}/_{10}$ nat. Größe.

Abb. 2. Gewalzter Aluminiumstreifen mit eingezogenen Kupferbolzen, etwa $^{1}/_{3}$ nat. Größe.

Über den Einfluß der Breite des Walzgutes liegen einige Versuche vor[4], nach denen die absolute Breitung bei Breiten, die größer als die Höhe sind, annähernd gleich bleibt. Versuche an Plastilinstäben von 25,5 mm Höhe, 100 mm Länge und 12 bis 57,5 mm Breite, die in vier Stichen auf annähernd 12 mm herabgewalzt werden, ergaben ebenfalls keine Abhängigkeit der absoluten Breitung von der Breite.

Theoretische Erwägungen, wie sie ähnlich schon von Tafel[5] mitgeteilt sind, lassen dies Ergebnis aber nur für

[1] Die Versuche sind mit einem kleinen Präzisionswalzwerk mit Walzen von 70 mm Dmr. und 110 mm Walzbreite ausgeführt worden.

[2] Hollenberg: Stahleisen Bd. 3, S. 121/22. 1883; N. Metz: Extr. Congrès Science Intern. Association Ing. Ecole Liège 1922; vgl. Stahleisen Bd. 43, S. 914/16. 1923; E. Rummel: Stahleisen Bd. 39, S. 237/43, 267/74, 285/94. 1919.

[3] O. Reynolds: Phil. Trans. Bd. 166. 1876; E. Blaß: Stahleisen Bd. 2, S. 189/91, 283/93. 1882; J. Puppe: Stahleisen Bd. 29, S. 161/70. 1909; A. Falk: Stahleisen Bd. 30, S. 1986/93. 1910.

[1] F. Kick: Mech. Technologie, 2. Aufl., Leipzig 1908; A. Rodziewicz-Bielewicz: J. Russ. Metallurg. Ges. 1912; vgl. Stahleisen Bd. 33, S. 1687/98. 1913.

[2] T. K. Rose: J. Inst. Met. Bd. 10, S. 150/74. 1913.

[3] W. Müller: Forschungsarb. V. d. I. H. 211. 1918 fand die Festigkeitseigenschaften von Kupferdraht durch Abdrehen nicht beeinflußbar.

[4] E. M. Scheld: Stahleisen Bd. 30, S. 415/19, 766/67, 1419/23. 1910; N. Metz: Rev. Mét. Bd. 22, S. 66/87. 1925; vgl. Stahleisen Bd. 46, S. 476/78. 1926. Vgl. hierzu ferner in diesem Heft den Aufsatz von W. Tafel, S. 177.

[5] W. Tafel: Stahleisen Bd. 30, S. 1419/23. 1910; W. Tafel und H. Sedlaczek: Stahleisen Bd. 45, S. 190/93. 1925.

Digitized by Google

einen beschränkten Bereich als möglich zu. Zwar sind auch in der Breite ähnlich wie in der Länge die Außenteile freier beweglich als die Innenteile, die durch das benachbarte Material und die Reibung an den Walzen fest eingeschlossen sind. Infolge des Materialzusammenhanges müssen sich aber die inneren und äußeren Teile wie oben beschrieben auf eine mittlere Länge einigen. Je breiter die Probe, desto größer der Anteil des Inneren, und desto mehr muß die Breitung unterdrückt sein. Es ist nach diesen Überlegungen also zu erwarten, daß auch die absolute Breitung (nach Überschreiten eines Höchstwertes bei geringer Breite) um so kleiner ausfällt, je breiter die Probe ist[1].

Versuche an Bleikörpern von 5 mm Höhe, 50 mm Länge und 5 bis 80 mm Breite bestätigten, wie Abb. 3

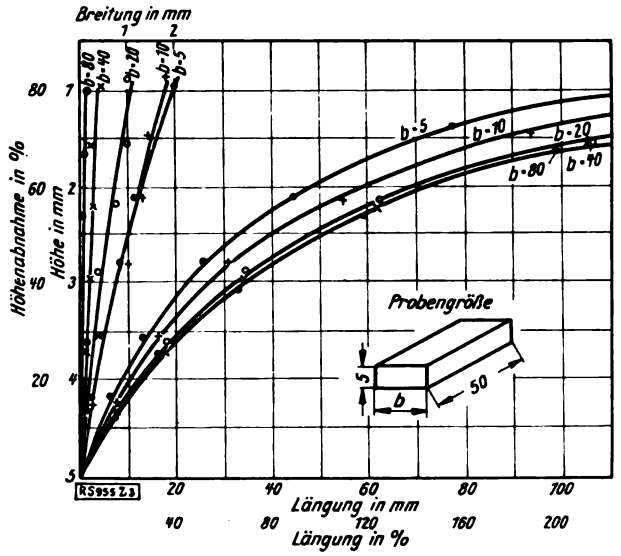


Abb. 3. Breitung und Längung verschieden breiter Bleiproben beim Walzen in Abhängigkeit von der Höhenabnahme.

zeigt, die theoretische Überlegung durchaus. Die Länge und Breite wurden hierbei lediglich in der Mitte der Probe oben und unten ausgemessen, also nur die Breitung und Längung der mittelsten Quer- bzw. Längsfasern an der Oberfläche bestimmt. Die Proben wiesen nach den Versuchen eine schwache Ausbauchung an den Enden und Seitenflächen auf. Abb. 3 zeigt (abgesehen von der schnellen Abnahme der Breitung bei Überschreitung einer Probenbreite von 10 mm bis auf kaum meßbare Werte bei den breitesten Proben) noch, daß die Längung der mittelsten Faser auch bei 20 mm Breite merklich geringer ist als bei 40 und 80 mm, daß also auch diese Faser dann noch Material in die Breite abgibt. Von einer Randzone, die allein die Breitung aufbringt, kann also streng genommen nicht gesprochen werden.

Zu bemerken ist hierzu aber, daß das Ergebnis nur bei genügend langen Proben klar herauskommt. In einiger Entfernung von den Enden ist auch bei den breitesten Proben noch eine deutliche Breitung nachweisbar. Dies ist darauf zurückzuführen, daß an den Enden die einzelnen Materialteilchen ihrem eigenen Bewegungsbestreben viel leichter nachkommen können als in großer Entfernung von den Enden.

[1] Vgl. die Zahlenangaben bei Metz (a. a. O.).

Durch die ungleichmäßigen Materialverschiebungen an den verschiedenen Stellen erklärt sich auch die eigenartige geschwungene Gestalt von Walzblechen.

Die Ausbildung der Seitenflächen und Enden eines Walzbleches ist hauptsächlich von der Stichgröße abhängig. Bei großen Stichen ist, wie Abb. 4 für die Köpfe von Aluminiumstreifen zeigt, die Gestalt der Seiten und Enden ausgebaucht, bei kleinen Stichen nach innen eingezogen[1], nach starker Walzung auch ganz eingefaltet. Ähnliches gilt für gezogenes Material[2].

Die Entstehung dieser Formen wird klar, wenn man sich wieder veranschaulicht, daß die Beanspruchung in jedem Augenblick des Walzvorganges ein Stauchen des Gutes an einer eng begrenzten Stelle ist. Bei einer solchen „Schneidenbeanspruchung", wie man sie wohl nennen kann, wandert das durch die Walzen verdrängte Material außer in die Länge noch nach den Seiten und schließlich auch vor und hinter der Walze nach oben und unten heraus[3]. An den Seitenflächen wölben sich dicht an jedem Eindruck Materialkissen heraus, deren Größe von der Eindruckgröße abhängt. Dementsprechend entstehen bei kleinen Eindrücken, also bei kleinen Stichen, auf jeder Seite je ein herausspringendes Kissen oben und unten dicht an der Oberfläche, die sich von Stich zu Stich weiter herauswölben, während bei großen Stichen die beiden Kissen ineinander übergehen und eine ähnliche Ausbauchung wie beim gewöhnlichen Druckversuch bilden. Ähnliches gilt für die Enden, wobei noch zu berücksichtigen ist, daß beim Kopf, wie Abb. 1 zeigt, die Oberflächenschicht zurückgezogen, beim hinteren Ende entsprechend nach rückwärts verschoben ist.

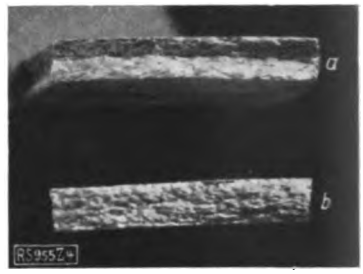


Abb. 4. Enden gewalzter Aluminiumstreifen. 1/2 nat. Größe. a In kleinen Stichen gewalzt. b In großen Stichen gewalzt.

Die Verformungen beim Blechwalzen sind auch zu einem gewissen Betrage von dem verarbeiteten Stoff abhängig.

Einige Versuche an Proben verschiedener Stoffe lassen entsprechend Abb. 5 erkennen, daß die Abwanderung des heruntergewalzten Materials in die Länge

[1] P. Ludwik: Z. öst. Ing.-V. Bd. 67, S. 597/602. 1915.

[2] W. R. Webster: Proc. Am. Soc. Test. Mat. Bd. 17, S. 156/61. 1917, II.

[3] G. Sachs: Naturwissensch. Bd. 14, S. 1219/23. 1926; Z. techn. Phys. Bd. 7, S. 132/41. 1927. — Das Herauswandern nach oben und unten bedingt, daß das Walzgut stets dicker sein muß, als der Abstand zwischen den Walzen beträgt, auch unter Berücksichtigung der elastischen Deformationen von Walzwerk und Material. Hieraus folgt ferner, daß bei sehr kleinen Eindrücken im Verhältnis zu der Größe des Walzgutes und schmalen Blechen das Innere nur elastisch beansprucht sein kann und eine Höhenabnahme nur unter Breitung ohne nennenswerte Längung erfolgen kann, also auch ohne Voreilung, die ja nur durch die gegenüber den Walzen durch Längung erhöhte Geschwindigkeit des Gutes erklärt werden kann.

Digitized by Google

und in die Breite je nach dem Stoff in sehr unterschiedlicher Weise erfolgt. Und zwar breiten nach Abb. 5 weichere Stoffe verhältnismäßig stärker als harte. Doch hat diese Beziehung keine allgemeine Gültigkeit, da nach Versuchen von Bradshaw[1] an Eisen und nach Versuchen von Oberhoffer[2] an Kupfer die Breitung und Längung in verschiedenartiger Weise von der Temperatur

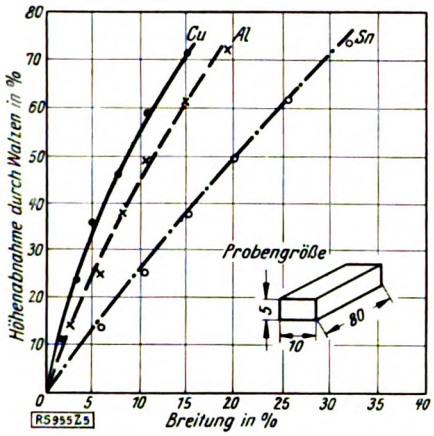


Abb. 5. Breitung verschiedener Stoffe beim Walzen in Abhängigkeit von der Höhenverminderung.

abhängig ist. Versuche an Plastilin ergaben sogar einen starken Einfluß der Walzgeschwindigkeit, dahingehend, daß bei schnellem Walzen (und auch bei großen Stichen) die Streifen breiter ausfielen als bei langsamem Walzen (und kleinen Stichen).

Wodurch die Stoffabhängigkeit der Materialverschiebungen beim Walzen bestimmt ist, ist vorläufig nicht geklärt. Es ist anzunehmen, daß hierfür das Gefüge des Stoffes und die Reibungsverhältnisse zwischen Walzen und Walzgut von Bedeutung sind. Übrigens treten die beobachteten Unterschiede im Verhalten verschiedener Stoffe nicht nur beim Walzen, sondern auch schon bei Druckversuchen unter ruhenden Walzen hervor.

Walzen und Schmieden von Profilen.

Die Gestaltausbildung und der Verformungszustand eines Profiles sind durch die Form der Walzen gegeben. Eine systematische Kalibrierung erfordert daher eine genaue Kenntnis der Materialverschiebungen unter den in Frage kommenden Verhältnissen. Die Kunst des Kalibrierens beruht auf einer intuitiven Kenntnis gewisser dahingehender Regeln, die sich bisher jedoch der exakten Fassung entziehen. Im folgenden sei der Versuch unternommen, durch planmäßige Versuche und Untersuchung technischer Profile und Zwischenprofile[3] einen tieferen Einblick in den Materialfluß bei der Herstellung von Profilen zu gewinnen.

Über den Einfluß der Länge gilt auch für Profile das gleiche wie beim Blechwalzen. Die Walzen greifen nur auf einer geringen Länge ein, und die einzelnen Querschnittsteile müssen sich daher, wie schon Tafel nachgewiesen hat, auf eine mittlere Längung einigen[1]. Obwohl die Querschnitte der Abb. 6a bis c verschiedenen Teilen des ursprünglichen Gußblockes entnommen sind, bleibt, wie schon von Gredt[2] festgestellt, der Anteil der Seigerung am Querschnitt (mit Ausnahme eines herausfallenden Zwischenprofils) bis auf $\pm 10\%$ konstant. Da die Begrenzung der Seigerung willkürlich und wechselnd ist, heißt dies, daß alle Querschnittsteile beim Walzen gleich große Querschnittsverminderungen erfahren, was auch schon aus der Erhaltung des Volumens und aus ihrer gleichen Längung folgt. Eine unterschiedliche Materialabwanderung verschiedener Zonen des Querschnittes in die Länge kommt also ebenso wie beim Blechwalzen (vorausgesetzt, daß die Querschnitte genügend weit von den Enden entfernt sind) nicht in Frage.

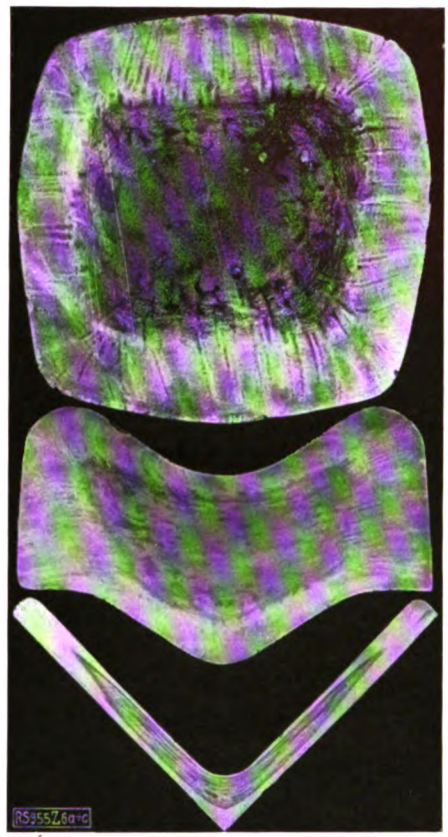


Abb. 6a.

Abb. 6b.

Abb. 6c.

Abb. 6a bis c. Herstellungsgang eines Winkeleisens. $^6/_{10}$ nat. Größe.

Die verschiedenen Querschnittsteile werden aber im Kaliber häufig sehr unterschiedlich zusammengestaucht. Da ein Ausgleich in die Länge nicht stattfinden kann, muß ein Ausgleich in die Breite erfolgen. Teile des Querschnittes, die beim Gang durch ein Kaliber stark an Höhe verlieren, gehen also entsprechend in die Breite.

Beim Winkeleisen der Abb. 6 gibt die Lage der Seigerungszone, die eine natürliche Zeichnung darstellt[3],

[1] G. D. Bradshaw: Iron Age 1910, S. 210; vgl. Stahleisen Bd. 30, S. 632/33. 1910; E. M. Scheld: a. a. O.

[2] P. Oberhoffer: Metall Erz Bd. 15, S. 47/56. 1918.

[3] Das Material hierzu ist freundlicherweise von der Ilseder Hütte A.-G. zur Verfügung gestellt worden.

[1] W. Tafel: Stahleisen Bd. 29, S. 649/63. 1909.

[2] G. Gredt: Stahleisen Bd. 43, S. 1443/49. 1923.

[3] Vgl. auch die Versuche mit eingezogenen Bändern von R. Loebe: Stahleisen Bd. 31, S. 792/94. 1911; A. v. Dormus: Stahleisen Bd. 31, S. 1187. 1911.

Digitized by Google

sowie die Gestalt der ursprünglich rundlichen Seigerungsflecken einen Anhalt über die Verformung der einzelnen Querschnittsteile. Es fällt besonders auf, daß an der einspringenden Seite des Winkelscheitels die reine Randschicht fast verdrängt ist und die Seigerungsflecken stark gelängt sind, also an dieser Stelle sehr starke Verformungen stattgefunden haben.

Die Stauchung des ursprünglichen Gußblocks zum Winkeleisen ist äußerlich betrachtet an allen Stellen nahe-

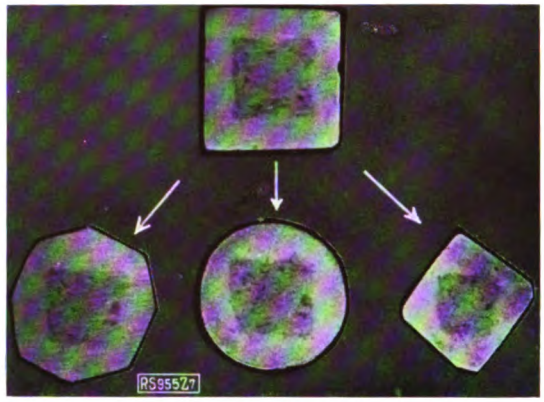


Abb. 7. Umschmieden eines Vierkantstabes aus Flußeisen, verschiedene Profile. 1,3mal vergr.

zu gleich; aus der Größe und Verteilung des „Druckes" kann also nichts bezüglich der ungleichmäßigen Materialverschiebungen entnommen werden.

Schmiedeversuche von Hand an geseigerten Flußeisenstäben ergaben nun ähnliche Materialverschiebungen, wie sie von der Praxis des Walzens, Schmiedens, Ziehens und Pressens her bekannt sind.

Wird z. B. aus einem Quadrateisen ein Sechskanteisen, Rundeisen oder über Kant stehendes Quadrat-

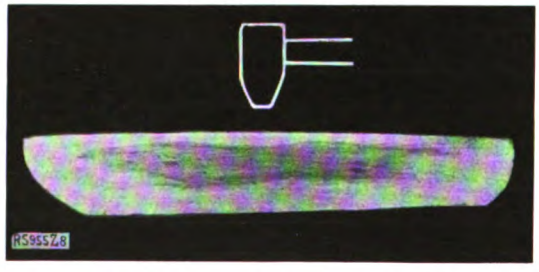


Abb. 8. Flacheisen, mit der Finne aus einem Vierkantstab geschmiedet, 2mal vergr.

eisen geschmiedet, so läßt Abb. 7 erkennen, daß sich hauptsächlich die Randschichten verschoben haben, während der Kern sich in verhältnismäßig geringem Maße an der Querschnittsänderung beteiligt[1]. Die Betrachtung des Kraftangriffs lehrt, daß die Kraft hier an vorspringenden Ecken des Querschnitts örtlich konzentriert angreift und infolgedessen hauptsächlich das Material in unmittelbarer Nähe der Kraftangriffstelle verdrängt. Ganz entsprechend gehen auch nach Abb. 8 die Materialverschiebungen bei einem keilförmigen Kraftangriff vor sich, wie er durch die Finne eines Hammers ausgeübt werden kann. Auch hier werden hauptsächlich die Materialteilchen in unmittelbarer Nähe der Kraftangriffstelle verdrängt, wodurch die Seigerung an dieser Stelle an die Oberfläche herantritt.

Manche eigenartigen Erscheinungen, wie z. B. die sternförmige Seigerungszone[1] in Abb. 9, lassen sich durch eine mehrfach wiederholte Querschnittumformung willkürlich hervorrufen. Diese Versuche veranschaulichen also, in welcher Weise ein geschickter Schmied sein Material beherrscht.

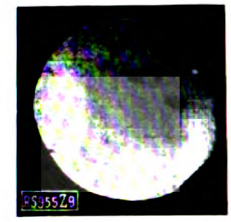


Abb. 9. Sternförmige Seigerungszone bei einem Rundstab, der durch mehrfaches Umschmieden aus einem Vierkantstab (vgl. Abb. 7) hergestellt ist. 2,3mal vergr.

Im Gefüge eines auf kaltem Wege hergestellten Profiles äußern sich die ungleichmäßigen Verformungen entsprechend Abb. 10 und 11 darin, daß die Kristallkörner eines Querschnitts nach der Verformung nur im Innern ihren rundlichen

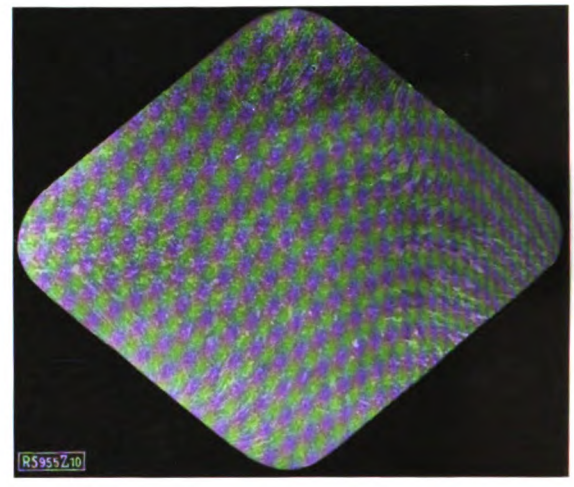


Abb. 10. Gefüge eines gewalzten Aluminiumprofils. 1,8mal vergr.

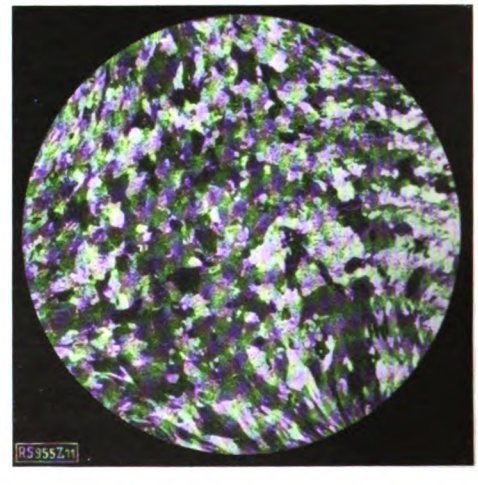


Abb. 11. Gefüge eines Rundstabes aus Aluminium, der aus einem Vierkantstab geschmiedet ist. 1,6mal vergr.

Querschnitt behalten haben. An den Randteilen hingegen, besonders dort, wo die Kräfte am stärksten eingegriffen haben, sind die Körner auch innerhalb der

[1] P. Oberhoffer: Das technische Eisen, 2. Aufl., Berlin 1925; H. Preußler: Stahleisen Bd. 40, S. 641/49. 1920.

[1] Vgl. Ast: Mitt. Int. Verb. Mat.-Prüf. 1906, Ber. zu Aufgabe 2, S. 18.

Digitized by Google

Querschnittebene stark gelängt. Im Längsschnitt müssen, wie schon erwähnt, die Kristalle aller Querschnitteile gleichmäßig gelängt sein.

Abb. 10 zeigt ein gewalztes Aluminiumprofil, Abb. 11 zum Vergleich einen Aluminiumrundstab, der von Hand

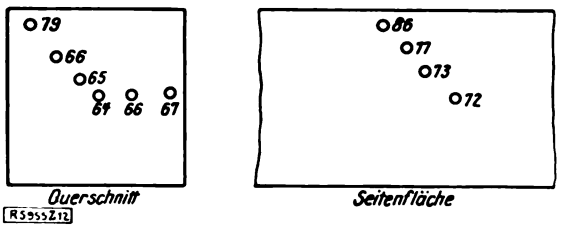


Abb. 12. Härteverteilung in einem Vierkantstab aus Kupfer.

aus einem vierkantigen Gußstück umgeschmiedet ist. Die ähnliche Veränderung des Gefüges in beiden Fällen weist darauf hin, daß die Materialverschiebungen hauptsächlich von der Änderung der Gestalt, dagegen weniger von der Art des Verformungsvorganges (Walzen oder Schmieden) abhängig sind.

Der verschieden großen Stauchung der einzelnen Kristalle entspricht auch eine verschiedene Härte. So

Abb. 13. Aufgebogenes Winkeleisen mit einem Einriß, der die Seigerungszone durchzieht. 1/2 nat. Größe.

weist ein gezogener Vierkantstab aus Kupfer nach Abb. 12 außen in der Nähe der Kante eine Brinellhärte von 86 Einheiten auf, die um 35% größer ist als die Härte von 64 Einheiten in der Mitte. Es treten also bei Profilen, die auf kaltem Wege hergestellt sind, meist wesentlich größere Härteunterschiede als bei Blechen und gezogenen Rundstangen auf[1].

Ungleichmäßige Materialverschiebungen sind offenbar sehr ungünstig. Verwickeltere Profile, wie I-Träger und Schienen, weisen viel häufiger Schäden auf und besitzen, besonders in der verhältnismäßig spröden Seigerungszone, schlechtere Festigkeitseigenschaften als Bleche[1]. Auch das mit der Ungleichmäßigkeit verbundene Heraustreten der Seigerung an die Oberfläche (vgl. Abb. 6 und 8) erhöht die Bruchgefahr[2], da die Sprödigkeit der Seigerungszone dann anscheinend viel stärker in Erscheinung tritt, als wenn sie ganz von formänderungsfähigem Stoff eingeschlossen ist. So scheint auch der Riß beim nachträglich aufgebogenen Winkeleisen in Abb. 13, der sich durch die Seigerungszone hindurchzieht und schon vor dem Aufbiegen vorhanden war, mit der starken Verdrängung der reinen Außenschicht im Winkel-

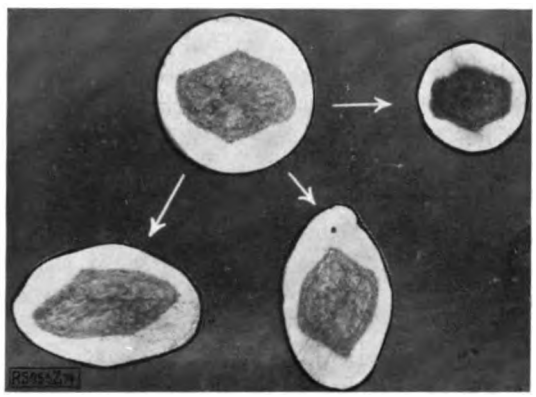


Abb. 14. Umschmieden eines Rundstabes aus Flußeisen in einen dünneren Rundstab und in Stäbe mit elliptischem Querschnitt. 1,4mal vergr.

scheitel zusammenzuhängen. Ungleichmäßige Materialverschiebungen sind daher möglichst zu vermeiden.

Den Weg, einen Profilgang gleichmäßig zu gestalten, entnehmen wir weiteren Schmiedeversuchen. Bei gewissen einfachen Umformungsvorgängen werden alle Querschnittsteile im wesentlichen gleichartig verändert. Dies gilt außer für das Blechwalzen auch für das Umschmieden eines Quadrateisens in ein dünneres Quadrateisen oder in ein Flacheisen, sowie auch nach Abb. 14 für das Umschmieden eines Rundeisens in ein dünneres Rundeisen oder in einen Stab elliptischen Querschnitts.

In Abb. 15 sind nun drei auf verschiedene Weise hergestellte Winkeleisen in vergleichbarer Größe zu-

[1] Durch Glühen werden diese Härteunterschiede beseitigt, treten daher auch bei warmverarbeitetem Material nicht auf.

[1] G. Fiek und G. Sachs: Bauing. Bd. 8, S. 75/78. 1927.

[2] E. Heyn und O. Bauer: Stahleisen Bd. 32, S. 402/03. 1912; P. Döhmer: Die Brinellsche Kugeldruckprobe. Berlin 1925.

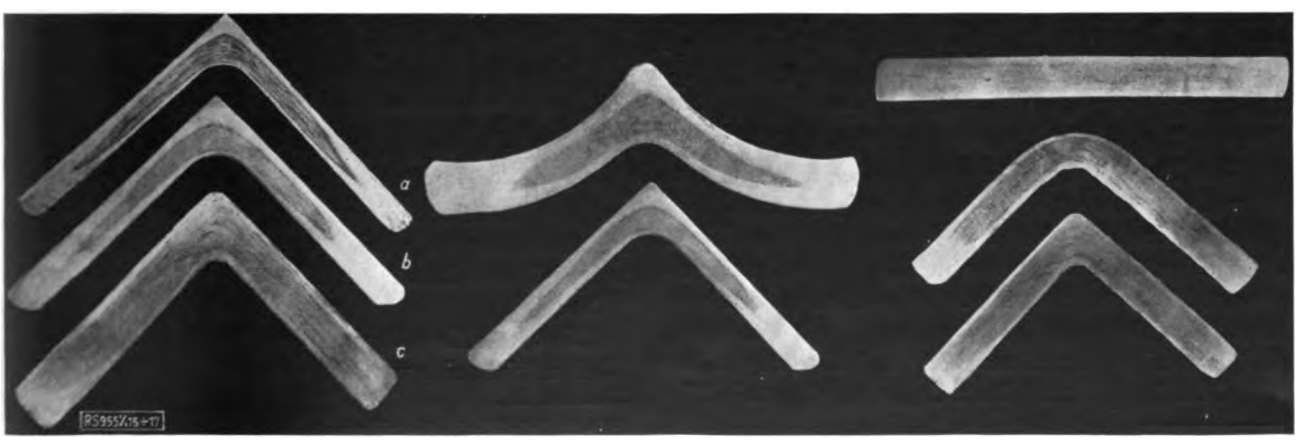


Abb. 15. Winkeleisen, auf verschiedene Weise hergestellt.

Abb. 16. Letzte Profile des Herstellungsganges eines Winkeleisens. 1/2 nat. Größe.

Abb. 17. Winkelig gebogenes Flacheisen. 1/2 nat. Größe.

Digitized by Google

sammengestellt. Die Betrachtung des Kaliberganges (Abb. 6) des obersten Winkeleisens *a* in Abb. 15 lehrt, daß hier die Bedingungen für eine Verteilung der angreifenden Kräfte sehr ungünstig sind. Die durch die Stiche hervorgerufene Einkerbung an der Stelle des endgültigen Winkelscheitels trifft einen Querschnitt, der gegen Biegung sehr viel größeren Widerstand bietet als gegen eine Verschiebung der Randteile an der Stelle des stärksten Kraftangriffes innen im Winkelscheitel. Etwas günstiger dürfte ein Kalibergang sein, dessen letzte Stiche Abb. 16 zeigt. Hierbei wird zunächst der Querschnitt ziemlich flach herabgewalzt und daher das Profil verhältnismäßig milder in die endgültige Form gebogen. In der Tat sind dann, wie aus Abb. 15b hervorgeht, die Materialverschiebungen gleichmäßiger als beim obersten Winkeleisen, da bei annähernd gleichem Anteil an Seigerung die Randschicht innen im Scheitel verhältnismäßig breiter ist als beim darüberstehenden Winkeleisen *a*. Schließlich zeigt noch Abb. 15c zum Vergleich ein im Gesenk winkelig gebogenes Eisen, dessen Herstellungsgang Abb. 17 veranschaulicht. Bei diesem ist im Gegensatz zu beiden gewalzten Winkeleisenprofilen das Material innen im Scheitel eher angestaut, die Materialverschiebungen also ziemlich gleichmäßig.

Der Weg zu einer gleichmäßigen Verformung des ganzen Querschnittes führt also bei der Herstellung eines Winkeleisens dahin, dem Kalibergang dem Blechwalzen und dem Biegevorgang anzunähern. Allgemein gilt es, einen scharfen örtlichen Kraftangriff zu vermeiden und die Kräfte während aller Zwischenumformungen möglichst gleichmäßig auf einen größeren Teil des Umfangs zu verteilen.

Brucherscheinungen.

Zum Schluß sei noch kurz auf einige beim Walzen auftretende typische Brucherscheinungen eingegangen. Die Größe einer Umformung, die ein Stoff ohne Bruch verträgt, ist eine Eigenschaft des betreffenden Stoffes. Stoffe wie Blei lassen sich bei gewöhnlicher Temperatur fast unbegrenzt verarbeiten, und Ähnliches gilt für sehr viele Stoffe bei höheren Temperaturen. Kaltverformungen vertragen die meisten Werkstoffe jedoch nur in begrenztem Maße. Als Maß für die Kaltverformung eines Querschnittsteils kann die Stauchung oder besser noch die Härte des betreffenden Stoffbereichs angesehen werden, die, wie gezeigt, in gewissen Querschnittsteilen Höchstwerte hat. Dementsprechend findet man bei gewalzten Blechen, wie z. B. nach Abb. 18 an einem Zinkblech, häufig Risse an der verhältnismäßig stark verformten Oberfläche[1].

Viele Erscheinungen lassen sich aber nicht auf eine zu weit getriebene Kaltverformung zurückführen. Dies gilt z. B. von den Kantenrissen, wie sie Abb. 19 an einem Aluminiumstreifen zeigt, und für Einrisse an den Enden, die den Abfall des Materials in unerwünschtem Maße erhöhen. Ihr häufiges gleichartiges Auftreten beweist auch, daß hier nicht besondere Eigentümlichkeiten des betreffenden Stoffes maßgebend sind; obwohl natürlich ihr verstärktes Auftreten ein Kennzeichen für eine Verschlechterung des Materials ist.

Weitere typische Brucherscheinungen gröbsten Ausmaßes sind Querrisse, wie sie Abb. 20 wiedergibt, und

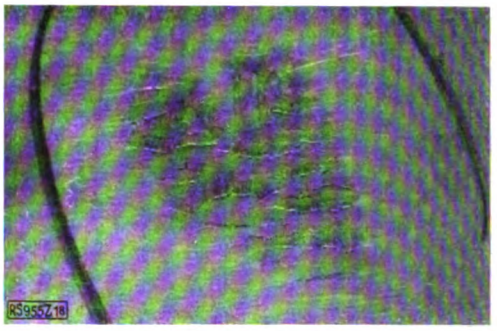


Abb. 18. Oberflächenrisse auf einem Zinkblech. 1,5mal vergr.

Aufklaffungen, wie sie Abb. 21 an gewalzten Probeblöckchen aus Kupfer zeigt.

Die durch Abb. 19 bis 21 veranschaulichten Schäden sind Trennungserscheinungen; die Lösung des Materialzusammenhanges führt zu Lücken in verarbeiteten Stücken. Solche Trennungserscheinungen weisen aber auf das Auftreten von Zugspannungen[1] hin, die man in diesem Zusammenhang wohl als „schädlich" bezeichnen kann und die mit dem Walzvorgang scheinbar nicht notwendig verbunden sind, wenn man ihn auf den

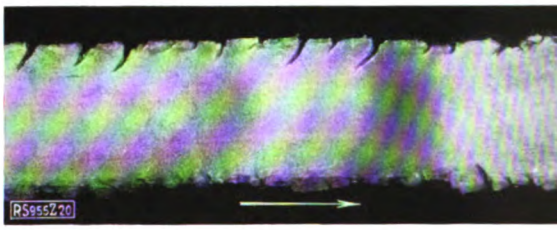


Abb. 19. Kantenriss bei einem Aluminiumstreifen. $^2/_3$ nat. Größe.

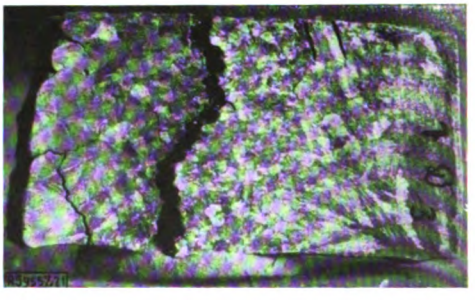


Abb. 20. Beim Walzen aufgerissene Kupferprobe. 1,5mal vergr.

gewöhnlichen Druckversuch zurückzuführen sucht. Es sei aber darauf hingewiesen, daß selbst beim Stauchversuch in den Randteilen Trennungserscheinungen auftreten.

Die tatsächliche Spannungsverteilung im gewalzten Blech entzieht sich vorläufig einer exakten Feststellung;

[1] Vgl. auch E. Seidl und E. Schiebold: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 221/26, 283/88, 320/28, 365/68. 1925.

[1] L. Weiß: Z. Metallkunde Bd. 15, S. 133. 1923; Bd. 17, S. 229/32. 1925; W. Tafel: Ann. Physik (4) Bd. 78, S. 465/97. 1925.

Digitized by Google

und die sichere Auffindung der gefährlichen Stelle ist daher nicht möglich. Immerhin hat die mathematische Behandlung des Walzproblems durch v. Kármán[1] die Möglichkeit von längsgerichteten Zugspannungen im Walzgut erwiesen; und der beschriebene Widerstreit zwischen dem Breitungsbestreben der Randschichten und dem Längungsbestreben der Innenteile bedingt, wie schon Tafel[2] ausgeführt hat, das Auftreten von Zugspannungen in den Rändern. Weiterhin können durch Druckversuche unter Walzen und durch Walzversuche an geteilten Körpern senkrecht gerichtete Zugspannungen und längsgerichtete Zugspannungen in den innersten Fasern des Gutes wahrscheinlich gemacht werden. So zeigt z. B. auch Abb. 2, daß an den eingezogenen Bolzen das benachbarte Material wohl oben und unten angedrückt bleibt, in der Mitte aber aufklafft. Auf eine Wiedergabe der weiteren Versuche sei vorläufig verzichtet, da ihre Bedeutung noch nicht übersehen werden kann.

Abb. 21. Beim Walzen aufgeklaffte Kupferprobe. Nat. Größe.

Jedenfalls dürfte man aus den angeführten Beobachtungen und Versuchen allgemein folgern, daß bei unterschiedlichem Längungsbestreben verschiedener Querschnittsteile die Teile mit geringerem Längungsbestreben Zerrungen ausgesetzt sind. Bei Profilen entstehen daher in den geringerem Druck unterworfenen Teilen unter Umständen Zerreißerscheinungen. Bei Schienen treten besonders Brüche im Schienenkopf auf[1] und bei I-Trägern besitzen die dem Steg benachbarten Teile des Flansches häufig sehr schlechte Festigkeitseigenschaften[2].

Also auch zur Vermeidung von Zerreißerscheinungen ist es notwendig, die Materialverschiebungen möglichst gleichmäßig zu gestalten. Bei Blechen können Kantenrisse vielleicht durch Anwendung geschlossener Kaliber unterdrückt werden, und Zugspannungen im Innern werden durch Erhöhung des Druckes, also durch Verwendung großer Walzen und großer Stiche ausgeschaltet[3].

Die Versuche der vorliegenden Arbeit sind größtenteils gemeinsam mit Frl. Ch. Zierold durchgeführt worden, der für ihre wertvolle Mitarbeit sehr gedankt sei. Ferner habe ich den Institutsangestellten Hrn. Böhme für die Durchführung der mechanischen Prüfungen und Hrn. Schulz für die Unterstützung bei den Walz- und Schmiedeversuchen zu danken. [RS 955]

[1] Th. v. Kármán: Z. ang. Math. Mech. Bd. 5, S. 139/42. 1925.
[2] W. Tafel: Ann. Physik (4) Bd. 78, S. 465/97. 1925.
[1] Ast: Mitt. Int. Verb. Mat.-Prüf. 1906, Ber. zu Aufgabe 2, S. 18.
[2] G. Fiek und G. Sachs: Bauing. Bd. 8, S. 75/78. 1927.
[3] Th. v. Kármán: Z. ang. Math. Mech. Bd. 5, S. 139/42. 1925.

Zur Theorie des Ziehvorganges.

Von G. Sachs[1].

Es ist in letzter Zeit mehrfach versucht worden, dem Ziehprozeß durch Energiebetrachtungen rechnerisch beizukommen[2]. Eine Näherungslösung kann jedoch durchsichtiger und vollständiger in Anlehnung an die Ausführungen von v. Kármán über den Walzvorgang[3] unter folgenden Annahmen entwickelt werden:

1. Die axial wirkende Zugspannung σ verteilt sich gleichmäßig über jeden Querschnitt $f = \frac{\pi D^2}{4}$ des gezogenen Drahtes.

2. Der Wanddruck p und die mittlere Zugspannung σ sind Hauptspannungen.

3. Im fließenden Bereich ist die Schubspannung konstant:

$$\sigma + p = k, \tag{1}$$

worin k die „Fließgrenze" des Materials ist und praktisch der Streckgrenze (oder Festigkeit) beim Zugversuch gleichgesetzt werden kann.

Es seien ferner:

D_1 und D_2 die Durchmesser des Ausgangs- und Endquerschnitts, x die axiale Koordinate (positiv in Richtung des wachsenden Querschnitts), α der Steigungswinkel des Ziehkonus und μ der Reibungskoeffizient.

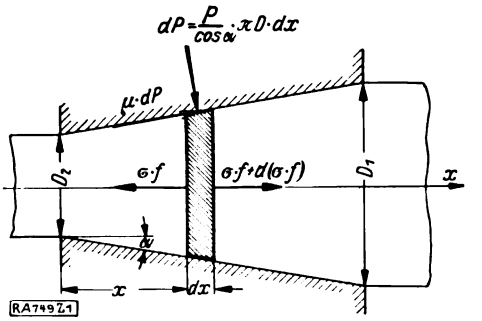


Abb. 1.

Es gilt dann nach Abb. 1 für den Gleichgewichtszustand eines Volumenelementes $f \cdot dx$:

$$\begin{aligned} d(\sigma \cdot f) + dP(\sin\alpha + \mu\cos\alpha) &= d\left(\frac{\sigma\pi D^2}{4}\right) \\ + p\,\pi D \frac{dx}{\cos\alpha}(\sin\alpha + \mu\cos\alpha) &= 0, \end{aligned} \tag{2}$$

und mit Gleichung (1) sowie:

$$x = \frac{1}{2}\frac{D - D_2}{\operatorname{tg}\alpha}, \quad dx = \frac{1}{2}\frac{dD}{\operatorname{tg}\alpha} \tag{3}$$

[1] Original: Z. ang. Math. Mech. Bd. 7, S. 235/36. 1927.
[2] R. Becker: Z. techn. Phys. Bd. 6, S. 298—305. 1925; E. Siebel: Z. techn. Phys. Bd. 7, S. 325—327. 1926.
[3] Th. v. Kármán: Z. ang. Math. Mech. Bd. 5, S. 139 bis 141. 1925.

Digitized by Google

nach Umformung:

$$d\sigma \cdot D^2 + \sigma 2D \cdot dD + 2(k-\sigma)\cdot D \cdot dD\left(1+\frac{\mu}{\operatorname{tg}\alpha}\right) = 0.$$

$$d\left(\frac{\sigma}{k}\right) - \frac{\sigma}{k}\cdot\frac{2\mu}{\operatorname{tg}\alpha}\frac{dD}{D} + 2\left(1+\frac{\mu}{\operatorname{tg}\alpha}\right)\cdot\frac{dD}{D} = 0. \quad (4)$$

Und mit:

$$2\frac{\mu}{\operatorname{tg}\alpha} = a, \quad 2\left(1+\frac{\mu}{\operatorname{tg}\alpha}\right) = b \quad (5)$$

schließlich:

$$\frac{d\left(\frac{\sigma}{k}\right)}{\frac{\sigma}{k}\cdot a - b} = \frac{dD}{D},$$

$$\ln\left(\frac{\sigma}{k}\cdot a - b\right) = a\cdot\ln D + \ln C,$$

$$\frac{\sigma}{k} = \frac{C}{a}\cdot D^a + \frac{b}{a}. \quad (6)$$

Die Integrationskonstante C ergibt sich daraus, daß der Querschnitt D_1 keine Spannungen σ aufnimmt:

$$O = \frac{C}{a}D_1^a + \frac{b}{a}, \quad C = -b\cdot\frac{1}{D_1^a}. \quad (7)$$

Womit endgültig [mit (5)]:

$$\left.\begin{aligned}\frac{\sigma}{k} &= -\frac{b}{a}\left[\left(\frac{D}{D_1}\right)^a - 1\right]\\ &= \left(1+\frac{\operatorname{tg}\alpha}{\mu}\right)\left[1-\left(\frac{D}{D_1}\right)^{2\cdot\frac{\mu}{\operatorname{tg}\alpha}}\right] = (1+\beta)\left(1-\xi^{\frac{1}{\beta}}\right),\end{aligned}\right\} \quad (8)$$

wenn:

$$\frac{\operatorname{tg}\alpha}{\mu} = \beta \quad \text{und} \quad \left(\frac{D}{D_1}\right)^2 = \xi$$

gesetzt wird:

In Gleichung (8) bedeutet σ zunächst die mittlere Zugspannung in irgendeinem Querschnitt f. Infolgedessen gilt aber auch Gleichung (8) unverändert für die zum Ziehen erforderliche Zugspannung $\sigma = \sigma_2$ im Endquerschnitt $f = f_2$.

Wir errechnen nunmehr für einige Wertepaare von β und ξ die Werte σ/k, die in Abhängigkeit von ξ in Abb. 2 aufgetragen sind.

In Abb. 2 sind ferner einige Mittelwerte der zum Ziehen erforderlichen Spannung in Prozent der Streckgrenze für zwei Eisensorten und verschiedene ξ-Werte nach Messungen von Eicken und Heidenhain[1] eingetragen, die sich befriedigend einer Kurve mit $\beta = 0{,}5$ anschmiegen. Da $\alpha = 6°$ war, $\operatorname{tg}\alpha = 0{,}105$, ergibt sich hieraus der Reibungskoeffizient μ für die untersuchten Eisensorten zu

$$\sim \frac{0{,}105}{0{,}5} \sim 0{,}21.$$

Die praktische Gültigkeit der Gleichung (8) wird davon abhängen, wieweit die gemachten Annahmen zutreffen.

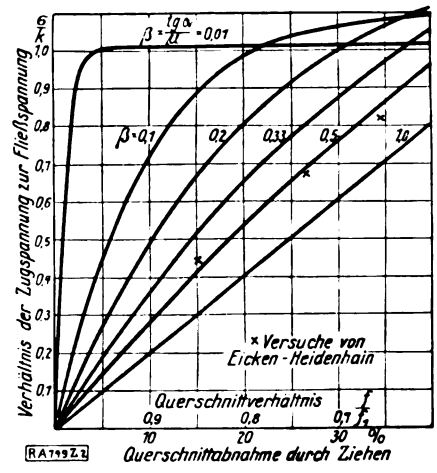


Abb. 2.

Eine annähernd gleichmäßige Verformung des ganzen Querschnitts liegt erfahrungsgemäß nur bei starken Querschnittsverminderungen vor. Die Richtung des Wanddruckes weicht um so weniger von der radialen Richtung ab, je geringer die Reibung und der Ziehwinkel sind. Eine Übereinstimmung zwischen Rechnung und Versuch ist also nur für kleine ξ- und α-Werte zu erwarten. Eine experimentelle Prüfung der Beziehungen ist in Angriff genommen.

Für $\xi = 1 - \frac{D_1^2 - D^2}{D_1^2} = 1 - q$ geht die Gleichung (8) unter Vernachlässigung der Glieder höherer Ordnung von $q = \frac{f_1 - f}{f_1}$ in die Näherungsgleichung von Siebel über:

$$\frac{\sigma}{k} = \left(\frac{\mu}{\operatorname{tg}\alpha} + 1\right)(1-\xi) = \left(\frac{\mu}{\operatorname{tg}\alpha} + 1\right)\cdot\frac{f_1 - f}{f_1}. \quad (9)$$

Der Gültigkeitsbereich dieser Näherungsformeln (9) beschränkt sich jedoch, wie ein Vergleich mit der genaueren Formel (8) zeigt, auf kleine Querschnittsabnahmen q oder große Winkel α.

Für reibungsfreies Ziehen ($\mu = 0$) folgt aus (4) die entsprechende Gleichung von Siebel:

$$\frac{\sigma}{k} = -\ln\left(\frac{D}{D_1}\right)^2 = \ln\frac{f_1}{f}. \quad (10)$$

[1] H. Eicken und W. Heidenhain: Stahleisen Bd. 44, S. 1687—1694. 1924.

Der Nachweis innerer Spannungen in Stangen und Rohren.

Von G. Sachs[1].

Jede ungleichmäßige Verformung hat das Zurückbleiben innerer Spannungen zwischen den verschieden verformten Gebieten eines Werkstückes zur Folge. Durch Entfernen von Teilen des Körpers werden diese Spannungen ausgelöst, und es entstehen elastische Formänderungen, aus denen die Spannungen berechnet werden können.

Von diesem Gedanken ausgehend konnten E. Heyn und O. Bauer[1] in gezogenen Messing- und Stahlstangen durch schichtweises Abdrehen und Messen der Längenänderungen hohe innere Spannungen nachweisen. Be-

[1] Original: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 352. 1927.

[1] E. Heyn und O. Bauer: Int. Z. Metallogr. Bd. 1, S. 16/50. 1910; Stahleisen Bd. 31, S. 760/65. 1911; E. Heyn: Stahleisen Bd. 32, S. 2097/98. 1912; Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 35, S. 1/25. 1917; Stahleisen Bd. 37, S. 442/48, 474/79 u. 497/500. 1917; Naturwissensch. Bd. 9, S. 321/25. 1921.

Digitized by Google

sonders an der Außenhaut der Stangen bleiben nach dem Ziehen Zugspannungen von der Größenordnung der Stoffestigkeit zurück, die häufig zu dem in der Praxis gefürchteten Aufreißen der Stangen nach Lagern, Verletzungen oder chemischem Angriff führen.

Heyn und Bauer haben nur den Fall verfolgt, daß in gezogenen Stangen Zug- und Druckspannungen in Richtung der Stangenachse auftreten. Im allgemeinsten Fall muß jedoch vorausgesetzt werden, daß auch radiale und tangentiale Spannungen vorhanden sind[1]. Daß Spannungen in tangentialer Richtung (Ringspannungen) von gleicher Größenordnung auftreten wie in der Längsrichtung, geht schon aus dem häufigen Aufreißen von Messingstangen in der Längsrichtung hervor. Dies wird besonders nach Behandlung mit Quecksilbersalzen beobachtet. Die Brüche im Betriebe verlaufen ebenfalls in den meisten Fällen parallel zur Achse, so daß die Ringspannungen offenbar gefährlicher sind[2]. Aber auch die Größe der Längsspannungen wird zu niedrig berechnet, wenn die Querspannungen vernachlässigt werden.

Auf dem von Heyn und Bauer eingeschlagenen Wege läßt sich jedoch auch der gesamte Spannungszustand in der Stange leicht ermitteln. Es müssen hierzu zwei voneinander unabhängige Formänderungen verfolgt werden, etwa die Veränderungen der Länge und Dicke bei schichtweisem Ausdrehen des Zylinders. Die erforderlichen Gleichungen sind im folgenden entwickelt, und zwar — abweichend von Heyn und Bauer — nicht für die Entfernung endlicher Schichten, sondern für stetige Abtragung. Dies hat den Vorteil, daß die Meßfehler sich beseitigen lassen, indem die einzelnen Meßpunkte durch eine Ausgleichskurve ersetzt werden. Dieser Vorgang erscheint hier nicht nur zulässig, sondern sogar geboten, um den Einfluß der Meßfehler auszuschalten. Da in die Gleichungen für die Spannungen Differenzen bzw. Differentialquotienten eingehen, können andernfalls bei nicht sehr hoher Meßgenauigkeit die errechneten Werte unnötig unregelmäßig ausfallen und das Ergebnis verwischen[3].

Ableitung der Spannungsgleichungen.

Die Spannungen, die an einer beliebigen Stelle eines Zylinders oder Hohlzylinders herrschen, lassen sich am einfachsten durch schrittweises Ausdrehen von inneren Schichten und Messung der dazugehörigen Längenänderungen und Dickenänderungen bestimmen.

Durch das Herausdrehen einer Schicht von der Dicke $d\varrho$ an der Stelle ϱ oder ϱ' (Abb. 1) mögen am Zylinder vom Außendurchmesser $2b$ und der Länge l entstehen:

die Längenänderung $d\lambda \cdot l$

und die Dickenänderung $d\vartheta \cdot 2b$,

wobei die Vergrößerung (Dehnung) als positiv eingeführt wird.

$d\vartheta$ ist gleichzeitig die spezifische Längung der äußersten Ringfaser des Zylinders.

Die Spannungen an einer bestimmten Stelle ϱ werden durch schichtweises Ausdrehen der inneren Schichten

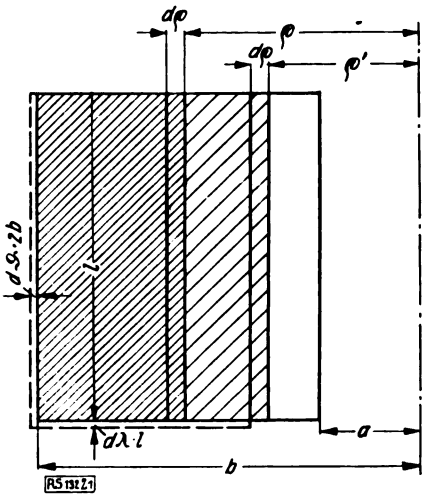


Abb. 1. Versuchsdurchführung zum Nachweis innerer Spannungen in einem Messingrohr.

allmählich verändert. Nachdem die Schichten bis dicht an die Stelle ϱ heran ausgedreht sind, verbleiben in der Schicht ϱ selber noch Spannungen, die erst beim Ausdrehen dieser Schicht plötzlich verschwinden.

Die Spannungen an der Stelle ϱ:

die Längsspannung s,
die Radialspannung r
und die Ringspannung t

können also aus den Formänderungen in zwei Anteilen berechnet werden:

$$\left.\begin{aligned} s &= s' + s'', \\ r &= r' + r'', \\ t &= t' + t''. \end{aligned}\right\} \qquad (1)$$

Die Spannungen s', r' und t' werden durch Ablösen der Schichten $d\varrho$, solange $\varrho' < \varrho$ ist, kontinuierlich beseitigt. Es bleibt dann noch ein Rest s'', r'' und t'', der erst beim Ausdrehen der letzten Schicht $d\varrho$ im Abstande ϱ plötzlich verschwindet.

Berechnung von s'', r'' und t''.

Eine Schicht von der Dicke $d\varrho$ im Abstande ϱ, die abgedreht wird, besitze die Spannungen s'' und t''. Die Radialspannung r'' ist dann nicht mehr unabhängig. Eine Radialspannung an der freien Innenseite tritt überhaupt nicht auf. An der Außenseite der Schicht $d\varrho$ wirkt nur eine Radialspannung dr'' nach der Gleichgewichtsbedingung für einen dünnwandigen Zylinder[1a] von gleicher Größenordnung wie $d\varrho$:

$$dr'' = t'' \frac{d\varrho}{\varrho}. \qquad (2)$$

Die Entfernung dieser Spannungen ruft die Formänderungen $d\lambda$ und $d\vartheta$ an der Außenhaut hervor. Diese

[1] Vgl. E. Heyn: Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 35, S. 1/25. 1917; R. I. Anderson und E. G. Fahlmann: Technol. Pap. Bureau Stand. Bd. 18, S. 229/41. 1924; J. Inst. Met. Bd. 32, S. 367/83. 1924, II; Bericht Z. Metallkunde Bd. 16, S. 379. 1924.

[2] Diese Angaben verdanke ich Herrn Oberingenieur W. Wunder, Kabelwerk der AEG., der mich auch bei der Auswahl des Materials in wertvoller Weise unterstützt hat.

[3] Vgl. z. B. G. Masing: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 183/86. 1925.

[1] A. und L. Föppl: Drang und Zwang, Bd. I. Berlin und München 1920.

[1a] S. 302: In einem Rohr vom Innenhalbmesser a und Außenhalbmesser b entstehen unter einem Innendruck p_a

Digitized by Google

entsprechen nach den Lehren der Elastizitätstheorie den Spannungen[1b]:

$$ds_b = \frac{E}{1-\mu^2}(d\lambda + \mu\, d\vartheta), \tag{3}$$

$$dt_b = \frac{E}{1-\mu^2}(d\vartheta + \mu\, d\lambda), \tag{4}$$

worin E der Elastizitätsmodul und μ die Querkontraktionszahl ist. Diese Spannungen müssen gleichzeitig der Längsspannung s'' und der Radialspannung dr'' zugehören.

s'' ergibt sich aus der Bedingung, daß die Entfernung des Querschnitts $df = 2\pi\varrho\, d\varrho$ mit der Spannung s'' die Spannung ds_b im Querschnitt $f_b - f = \pi b^2 - \pi\varrho^2$ beseitigt[1c]:

$$s'' = \frac{ds_b}{df}(f_b - f).$$

Und mit (3):

$$s'' = \frac{E}{1-\mu^2}(f_b - f)\frac{d(\lambda + \mu\vartheta)}{df}. \tag{5}$$

Der Ausdruck rechts muß ein positives Vorzeichen haben, da, wie leicht einzusehen, die Entfernung einer auf Zug beanspruchten Schicht Verlängerung bewirkt.

t'' folgt aus den Gleichgewichtsbedingungen für ein dickwandiges Rohr[2] in gleicher Weise.

---

die Ringspannung t und die Radialspannung r an der Stelle ϱ:

$$t = \frac{\varrho^2 + b^2}{\varrho^2(b^2 - a^2)}\, a^2 p_a, \tag{I}$$

$$r = \frac{\varrho^2 - b^2}{\varrho^2(b^2 - a^2)}\, a^2 p_a. \tag{II}$$

Unter einem Außendruck p_b werden:

$$t = -\frac{\varrho^2 + a^2}{\varrho^2(b^2 - a^2)}\, b^2 p_b, \tag{III}$$

$$r = -\frac{\varrho^2 - a^2}{\varrho^2(b^2 - a^2)}\, b^2 p_b. \tag{IV}$$

Bei einem dünnwandigen Zylinder von der Dicke $d\varrho$ und dem Halbmesser $\varrho = b \sim a$ ist der Querschnitt:

$$\pi(b^2 - a^2) = 2\pi\varrho\, d\varrho. \tag{V}$$

Damit wird (III):

$$t = -\frac{\varrho}{d\varrho}\, p_b, \tag{VI}$$

welche Gleichung auch leicht unmittelbar aus der Gleichgewichtsbedingung einer Rohrhälfte abgelesen werden kann.

Mit $p_b = -dr''$ folgt hieraus obige Gleichung (2).

Gleichung (6) entspricht Gleichung (I), wenn in dieser $\varrho = b$, $a = \varrho$, $t = dt_b$ und $p_a = dr''$ gesetzt wird.

[1b] S. 23: Die Dehnungen ε_x, ε_y, ε_z in den drei Hauptrichtungen hängen mit den drei Hauptspannungen σ_x, σ_y, σ_z nach den Gleichungen zusammen:

$$\left.\begin{aligned}\varepsilon_x &= \frac{1}{E}[\sigma_x - \mu(\sigma_y + \sigma_z)],\\ \varepsilon_y &= \frac{1}{E}[\sigma_y - \mu(\sigma_z + \sigma_x)],\\ \varepsilon_z &= \frac{1}{E}[\sigma_z - \mu(\sigma_x + \sigma_y)].\end{aligned}\right\} \tag{VII}$$

Mit $\varepsilon_x = \lambda$, $\varepsilon_y = \vartheta$, $\sigma_x = s$, $\sigma_y = t$, $\sigma_z = dr'' \sim 0$ folgen hieraus Gleichung (3) und (4).

[1c] Die Spannung s'' über dem Querschnitt df muß der Spannung ds_b über dem Querschnitt $(f_b - f)$ das Gleichgewicht halten (s. E. Heyn und O. Bauer: a. a. O.).

[2] Siehe Fußnote 1a auf S. 139.

Infolge des Innenzuges dr'' wird die Tangentialspannung an der Außenhaut:

$$dt_b = \frac{2\varrho^2}{b^2 - \varrho^2}\, dr''. \tag{6}$$

Und mit (2) und (4) wird:

$$\frac{E}{1-\mu^2}(d\vartheta + \mu\, d\lambda) = \frac{2\varrho\, d\varrho}{b^2 - \varrho^2}\, t'',$$

$$t'' = (f_b - f)\frac{E}{1-\mu^2}\cdot\frac{d(\vartheta + \mu\lambda)}{df}. \tag{7}$$

Daß der Ausdruck rechts ein positives Vorzeichen haben muß, ist wieder leicht einzusehen.

Die Radialspannung r'' liegt, wie schon erwähnt, zwischen 0 und dr'', ist also vernachlässigbar.

Berechnung von s', r' und t'.

Eine Schicht von der Dicke $d\varrho$ im Abstande ϱ', die abgedreht wird, besitze die Spannungen s', t' und wieder nur die radiale Außenspannung dr'. Die Entfernung dieser Spannungen bringt Formänderungen hervor, die dem Aufbringen der Spannungen ds_b und dt_b an der Außenhaut und ds und dt an der Stelle ϱ entsprechen.

ds ergibt sich daraus, daß die Spannung über den ganzen Querschnitt als gleich, also gleich ds_b nach Gleichung (3) angenommen werden kann[1]:

$$ds = \frac{E}{1-\mu^2}(d\lambda + \mu\, d\vartheta). \tag{8}$$

Die beseitigte Spannung s' ist also:

$$s' = -\int ds = -\frac{E}{1-\mu^2}(\lambda + \mu\vartheta). \tag{9}$$

dt folgt aus dem Spannungszustand eines dickwandigen Zylinders unter der Radialspannung dr'. Die entstehenden Formänderungen entsprechen im Abstande $\varrho = b$ der Tangentialspannung:

$$dt_b = \frac{2\varrho'^2}{b^2 - \varrho'^2}\, dr' \tag{10}$$

im Abstande ϱ der Tangentialspannung[2]:

$$dt = \frac{b^2 + \varrho^2}{\varrho^2(b^2 - \varrho'^2)}\,\varrho'^2 \cdot dr' \tag{11}$$

und mit (10) und (4):

$$dt = \frac{1}{2}\cdot\frac{b^2 + \varrho^2}{\varrho^2}\, dt_b,$$

$$dt = \frac{E}{1-\mu^2}\cdot\frac{f_b + f}{2f}(d\vartheta + \mu\, d\lambda). \tag{12}$$

Die beseitigte Spannung t' ist also (da ja f hier konstant ist):

$$t' = -\int dt = -\frac{E}{1-\mu^2}\cdot\frac{f_b + f}{2f}(\vartheta + \mu\lambda). \tag{13}$$

Das negative Vorzeichen der rechten Seite stimmt damit überein, daß eine Verdickung des Zylinders der Beseitigung einer tangentialen Druckspannung entspricht.

dr schließlich folgt aus der (11) analogen Beziehung:

$$dr = -\frac{b^2 - \varrho^2}{\varrho^2(b^2 - \varrho')^2}\,\varrho'^2 \cdot dr' \tag{14}$$

---

[1] Die Verteilung der Längsspannungen über den Querschnitt kann nicht ohne weiteres angegeben werden und dürfte von der Länge des ausgedrehten Teiles und anderen Umständen abhängen. Sie kann jedoch, da starke Verkrümmungen der Zylinderwände und Endflächen unwahrscheinlich sind, in erster Annäherung als gleichmäßig angenommen werden.

[2] Siehe Fußnote 1a auf S. 139.

Digitized by Google

Zahlentafel 1. Abmessungsänderungen eines Hohlzylinders aus Messing beim Ausdrehen (1. Versuch). (Querkontraktionszahl $\mu = 0{,}35$.)

	Wandstärke $b-\varrho$ mm	Innendurchmesser 2ϱ mm	Innenquerschnitt $f=\pi\varrho^2$ qmm	Dickenänderung ϑ 10^{-5}	Längenänderung λ 10^{-5}	$\Theta=\vartheta+\mu\lambda$ 10^{-5}	$\Delta=\lambda+\mu\vartheta$ 10^{-5}
0	5,00	19,95	313	—	—	—	—
1	4,47	21,01	347	— 3^3	— 8^9	— 6^1	—10^1
2	4,18	21,59	366	— 8	—12^7	—12^5	—15^5
3	3,72	22,53	399	— 12	—20^3	—19^1	—24^5
4	3,30	23,35	428	— 17	—25^2	—25^8	—31^2
5	2,90	24,15	458	— 36^7	—30^1	—47^2	—42^9
6	2,42	25,11	495	— 44	—36^2	—56^7	—51^6
7	1,95	26,05	533	— 53^7	—45^4	—69^6	—64^2
8	1,55	26,85	566	— 57^5	—49^5	—74^8	—69^6
9	1,13	27,69	602	— 69^8	—48^9	—86^9	—73^3
10	0,75	28,45	636	(—105^4)*	—42^7	—	—
11	0,36	29,23	671	(—193^5)*	—25^7	—	—
	(-)	$2\varrho_b = 29{,}95$	$f_b = 704{,}5$				

* Fehlerhaft infolge Eindrückens des Hohlzylinders bei der Messung.

Zahlentafel 2. Abmessungsänderungen eines Hohlzylinders aus Messing beim Ausdrehen (2. Versuch). (Querkontraktionszahl $\mu = 0{,}35$.)

	Wandstärke $b-\varrho$ mm	Innendurchmesser 2ϱ mm	Innenquerschnitt $f=\pi\varrho^2$ qmm	Dickenänderung ϑ 10^{-5}	Längenänderung λ 10^{-5}	$\Theta=\vartheta+\mu\lambda$ 10^{-5}	$\Delta=\lambda+\mu\vartheta$ 10^{-5}
0	4,99	19,98	313^5	—	—	—	—
1	4,66	20,64	335	— 6^0	— 8^7	— 9^0	—10^8
2	3,89	22,18	386	— 17^5	—18^7	— 24	—24^8
3	3,33	23,30	426	— 22^8	—24^7	— 31^4	—32^7
4	2,85	24,26	462	— 41^5	—31^2	— 52^4	—45^7
5	2,33	25,30	503	— 45	—37^5	— 58^1	—53^2
6	1,92	26,22	540	— 57	—45^8	— 73	—65^8
7	1,63	26,70	560	— 62^4	—47^2	— 77^9	—69
8	1,37	27,22	582	— 63^7	—49^2	— 80^9	—71^5
9	1,10	27,76	605	— 66	—48^7	— 83	—71^8
10	0,90	28,16	623	— 80^3	—45^7	— 96^3	—73^3
11	0,68	28,60	642	— 86	—40	—100	—70
12	0,46	29,04	662	(— 97^2)*	—34^3	(—109^2)	(—68^3)
13	0,31	29,34	676	(—106)*	—22^7	(—113^8)	(—59^8)
—	0	$2\varrho_b = 29{,}96$	$f_b = 705$				

* Dickenmessungen infolge Eindrückens des Rohres beim Messen unsicher.

Zahlentafel 4. Berechnung der inneren Spannungen in einem Hohlzylinder aus Messing.

Elastizitätsmodul $E = 0{,}75 \cdot 10^4$ kg/qmm; Querkontraktionszahl $\mu = 0{,}35$; $E' = \frac{E}{1-\mu^2} = 0{,}855 \cdot 10^4$ kg/qmm.

Innenquerschnitt f qmm	$f_b - f$ qmm	$f_b + f$ qmm	$\frac{f_b-f}{2f}$	$\frac{f_b-f}{2f}$	Längsspannungen s: Δ^* 10^{-5}	$\frac{d\Delta}{df}$ 10^{-5} qmm	$(f_b-f)\frac{d\Delta}{df}-\Delta$ 10^{-5}	s kg/qmm	Ringspannungen t: Θ 10^{-5}	$\frac{d\Theta}{df}$ 10^{-5} qmm	$(f_b-f)\frac{d\Theta}{df}-\frac{f_b+f}{2f}\Theta$ 10^{-5}	t kg/qmm	Radialspannung: $\frac{f_b-f}{2f}\Theta$ 10^{-5}	r kg/qmm	Längsspannungen s_h nach Heyn-Bauer: λ^* 10^{-5}	$\frac{d\lambda}{df}$ 10^{-5} qmm	$(f_b-f)\frac{d\lambda}{df}-\lambda$ 10^{-5}	s_h kg/qmm
313	392	1018	1,63	0,63	—	—0,28	—110 + 0 = —110	—9,8	—	—0,30	—118 + 0 = —118	—10,5	—	—	—	—0,25	—98 + 0 = —98	—$7{,}3^5$
350	355	1055	1,51	0,51	—10^5	—0,28	— 99 + 10^5 = — 88^5	—7,8	—11	„	—113 + 17 = — 96	— 8,5	— 5^6	—0,5	— 9	—0,225	—80 + 9 = —71	—5,3
400	305	1105	1,38	0,38	—25	—0,28	— 85 + 25 = — 60^4	—5,3	—26	„	— 91^5 + 36 = — 55^5	— 4,9	— 9^9	—$0{,}8^8$	—19^5	—0,185	—56^5 + 19^5 = —37	—2,8
450	255	1155	1,28	0,28	—39	—0,28	— 71 + 39 = — 32	—2,8	—40^5	„	— 76^5 + 52 = — 23^5	— 2,1	—11^3	—1,0	—29	—0,17	—43 + 29 = —14	—$1{,}0^5$
500	205	1205	1,20	0,205	—53	—0,28	— 57 + 53 = — 4	—$0{,}3^5$	—55	„	— 61^5 + 66 = + 4^5	+ 0,4	—11^3	—1,0	—38	—0,165	—34 + 38 = + 4	+0,3
525	180	1230	1,17	0,171	—60^5	—0,25	— 45 + 60 = + 15	+1,3		„					—42	—0,13	—23 + 42 = +19	+1,4
550	155	1255	1,14	0,141	—65^5	—0,215	— 33 + 65^5 = + 32^5	+2,9	—70	„	— 46^5 + 80 = + 33^5	+ 3,0	—98	—$0{,}8^7$	—46	—0,105	—16 + 46 = +30	+2,2
575	130	1280	1,11	0,113	—69^5	—0,13	— 17 + 69^5 = + 52^5	+$4{,}6^5$		„					—48	—0,03	— 5 + 48 = +43	+3,2
600	105	1305	1,09	0,087	—72	—0,03	— 3 + 72 = + 69	+6,1	—85	„	— 31^5 + 92^5 = + 60^5	+ 5,4	—74	—$0{,}6^5$	—47^5	+0,05	+ 5 + 47^5 = +52^5	+3,9
625	80	1330	1,06	0,064	—71^5	—0,075	+ 6 + 71^5 = + 77^5	+6,9							—46^5	+0,19	+15 + 46^5 = +61^5	+4,6
650	55	1355	1,04	0,042	—68^5	+0,21	+ 11^5 + 68^5 = + 80	+7,1	—99^5	„	— 16^5 + 103^5 = + 87	+ 7,7	— 4^2	—$0{,}3^7$	—39	+0,425	+23 + 39 = 62	+$4{,}6^5$
675	30	1380	1,02	0,022	(—62)	(+0.395)	(+ 12 + 62 = + 74)	(+$6{,}5^5$)							—23^5	+0,81	+24 + 23^5 = 47^5	+3,6
700	5	1405	1,00	0,004	(—51)	(+0,44)	(+ 2 — 51 = + 49)	(+4,3)	(-114)	(„)	(— 1^5 + 114 = + 112^5)	(+10,0)	(—0^4)	(—0^4)	≈0	+0,91	+ 5 + 0 = + 5	+ 0,4
$f_b = 705$																		

* Da die Ausgleichskurven nicht durch den Nullpunkt gehen und die Nullmessung ebenso wie jede andere Messung mit einem Meßfehler behaftet ist, ist der Nullwert in Abzug gebracht.

Digitized by Google

mit (10) und (4):

$$dr = -\frac{E}{1-\mu^2}\cdot\frac{f_b - f}{2f}(d\vartheta + \mu\, d\lambda). \qquad (15)$$

Womit die beseitigte Spannung r' wird:

$$r' = -\int dr = \frac{E}{1-\mu^2}\cdot\frac{f_b - f}{2f}(\vartheta + \mu\lambda). \qquad (16)$$

s, r und t:

Es folgt also endgültig:

Die Längsspannung:

$$s = s' + s'' = \frac{E}{1-\mu^2}\left[(f_b - f)\frac{d(\lambda + \mu\vartheta)}{df} - (\lambda + \mu\vartheta)\right]. \qquad (17)$$

Die Tangentialspannung:

$$t = t' + t'' = \frac{E}{1-\mu^2}\left[(f_b - f)\frac{d(\vartheta + \mu\lambda)}{df} - \frac{f_b + f}{2f}(\vartheta + \mu\lambda)\right]. \qquad (18)$$

Die Radialspannung:

$$r = r' = \frac{E}{1-\mu^2}\cdot\frac{f_b - f}{2f}(\vartheta + \mu\lambda). \qquad (19)$$

Für $d\vartheta = -\mu\, d\lambda$, d. h. für einen Formänderungszustand, der einachsiger Längsbeanspruchung entspricht, verschwinden Gleichung (18) und (19) und (17) geht in die Formel von Heyn und Bauer über, die für kontinuierliche Abtragung lautet:

$$s_h = E\left[(f_b - f)\frac{d\lambda}{df} - \lambda\right]. \qquad (20)$$

Messung der Formänderungen.

Nach Vorversuchen, die über die Größenordnung der entstehenden Formänderungen Aufschluß gaben, wurden einige Versuchsreihen an einem Messingrohr durchgeführt.

Ein Rohrabschnitt von rd. 120 mm Länge wurde zunächst in Stufen von etwa 0,4 mm ausgedreht und folgende Größen gemessen:

1. Der Außendurchmesser eines mittleren Querschnitts in zwei zueinander senkrechten Richtungen[1] mittels einer Mikrometerschraube, auf $^1/_{1000}$ mm geschätzt,

2. die Meßlänge an vier Mantellinien mittels eines Komparators mit Okularmikrometer, auf $^1/_{10\,000}$ mm geschätzt,

3. die Dicke mit einer auf einem U-förmigen Bügel angebrachten einfachen Mikrometerschraube, auf etwa $^2/_{100}$ genau.

Die Veränderung des Durchmessers und der Meßlänge sind, um Temperatureinflüsse auszuschalten, nicht in absoluter Größe, sondern als Differenz gegen einen Vergleichskörper verwendet worden. Der Komparator, der seinerzeit zu diesem Zwecke von der Firma Zeiss für den leider im besten Mannesalter verstorbenen Hrn. Geh. Rat E. Heyn hergestellt wurde, gestattete, durch einen Schlitten leicht Probekörper und Vergleichskörper zu vertauschen. Der Temperatureinfluß bei den Versuchen, die in einem nach Norden gelegenen Raum mit 3 bis 4° Schwankung während eines Versuchs ausgeführt wurden, hält sich annähernd in den Grenzen der Meßgenauigkeit. Die Berücksichtigung des Temperatureinflusses in dieser Weise ergibt daher keine wesentliche Erhöhung der Meßgenauigkeit, da die Differenzenbildung den Meßfehler wieder vergrößert. Im ganzen ergaben die Relativwerte einen etwas gleichmäßigeren Verlauf als die Absolutwerte. Bei stärkeren Temperaturschwankungen traten verschiedentlich Unregelmäßigkeiten ein, die wahrscheinlich auf eine Veränderung des Spannungszustandes zurückzuführen sind.

Um die Meßgenauigkeit zu erhöhen, wurde jede Messung eines Durchmessers und einer Meßlänge je 3- bis 10mal ausgeführt, so daß die in Zahlentafel 1 bis 3 angegebenen Versuchswerte Mittelwerte aus je 12 bis 20 Messungen sind. Bei einer mittleren Abweichung von etwa $\pm^2/_{1000}$ mm zwischen den einzelnen gleichartigen Messungen müßte daher die Genauigkeit des Mittelwertes etwa 5mal so groß sein. Wie den Abb. 2 und 3, in denen die (spezifischen) Durchmesser- und Längenänderungen als Funktion des Innenquerschnittes f aufgetragen sind, entnommen werden kann, weichen jedoch besonders die Dickenänderungen (Θ) stärker von einer durch die Meßpunkte durchgelegten Mittelkurve ab.

Die Messungen des Durchmessers beim ersten Versuch (Zahlentafel 1) sind nur bis zu einer Wandstärke von etwa 1 mm zuverlässig. Durch einen Kontrollversuch, bei dem das Rohr von außen her abgedreht wurde, ergab sich nämlich bezüglich der Spannungsverteilung in den äußersten und innersten Schichten keine Übereinstimmung. Die Durchmesser bei Wandstärken unter 1 mm mußten danach zu gering gemessen sein. In der Tat zeigte sich, daß dann der Druck der Mikrometerschraube schon ausreichte, um den Hohlzylinder merklich zusammenzudrücken. In einem zweiten Versuch (Zahlentafel 3) wurde durch sorgfältigstes Messen versucht, diese Fehlerquelle auszuschalten; die Dickenänderungen erscheinen nunmehr bis zu einer Wandstärke von $\sim$0,5 mm und selbst darunter noch zuverlässig.

Die danach als fehlerhaft angesehenen Werte sind in Zahlentafel 1 und 3 eingeklammert.

Zahlentafel 3. Abmessungsänderungen eines Hohlzylinders aus Messing beim Abdrehen.

	Außendurchmesser* 2ϱ mm	Außenquerschnitt $f = \pi\varrho^2$ qmm	Längenänderung* λ 10^{-4}	Dickenänderung* ϑ 10^{-4}
0	29,95	704^5	—	—
1	29,57	684	- -	12^9
2	29,07	664	9^4	3^7
3	28,15	622	21^5	6^0
4	27,26	584	33^8	16^3
5	26,38	546	46^8	24^7
6	25,53	512	58^7	17^7
7	24,58	475	72^2	36^1
8	23,67	440	82^7	39^8
9	22,75	403	99^4	38^1
10	21,93	378	115^1	(20^2)**
11	21,03	348	135^2	(1)**
—	$2\varrho_a = 19{,}95$	$f_a = 313$		

* Längenänderung und Dickenänderung an besonderen Abschnitten bestimmt. Durchmesser-Mittelwert beider Versuche.

** Dickenmessungen infolge Eindrückens des Rohres beim Messen fehlerhaft.

[1] Messungen eines einzigen Durchmessers und einer einzigen Meßlänge sind nicht ausreichend, um ein zuverlässiges Bild über die Spannungsverteilung zu gewinnen. Die Meßwerte zeigen, daß das Rohr sich beim Ausdrehen verkrümmt und sein Querschnitt sich elliptisch verzerrt. Der genaue Spannungszustand läßt sich jedoch vorläufig nicht ermitteln, so daß die Berechnung eines mittleren Zustandes aus den Mittelwerten zunächst genügen mag. Bei weiteren Versuchen wurde der Durchmesser in vier Richtungen gemessen.

Digitized by Google

Beim Kontrollversuch durch Abdrehen konnten die inneren Durchmesser nicht genügend zuverlässig am gleichen Stück wie die Längen gemessen werden, sondern wurden besonders an einem kurzen Stück festgestellt. Die gefundenen Dickenänderungen (Zahlentafel 3) streuen daher stark infolge des Umstandes, daß der innere Durchmesser als Differenz des äußeren Durchmessers und der Wandstärke gemessen wurde.

Berechnung der Spannungsverteilung in einem Messingrohr.

Zahlentafel 1 und 2 geben die Formänderungen zweier Abschnitte eines Messingrohres von ∼30 mm Außendurchmesser und 5 mm Wanddicke (in Zehntausendsteln $= 10^{-5}$) beim Ausdrehen an. Die Meßlänge war 90,0 mm. Die Rohrabschnitte wurden zunächst bei 50° C 15 Min. ausgeglüht, um den Einfluß der beim Ausdrehen entstehenden Erwärmung auszuschalten. Hierdurch entsteht allerdings eine Verringerung der inneren Spannungen[1], die aber zur Vermeidung zusätzlicher Fehlerquellen mit in Kauf genommen wurde.

Die aus den Messungen ermittelten Formänderungen λ und ϑ kommen in den Spannungsgleichungen (17) bis (19) nur in den Kombinationen vor:

$$\left.\begin{aligned} \Lambda &= \lambda + \mu\,\vartheta \\ \Theta &= \vartheta + \mu\,\lambda \end{aligned}\right\} \qquad (21)$$

Diese sind mit $\mu = 0{,}35$ errechnet und in Zahlentafel 1 und 2 mit eingetragen. Mit $E = 0{,}75 \cdot 10^4$ kg/qmm wird[2]:

$$E' = \frac{E}{1-\mu^2} = 0{,}855 \cdot 10^4 \text{ kg/qmm}.$$

Es gehen dann die Gleichungen (17) bis (19) über in:

$$s = E'\left[(f_b - f)\frac{d\Lambda}{df} - \Lambda\right], \qquad (22)$$

$$t = E'\left[(f_b - f)\frac{d\Theta}{df} - \frac{f_b + f}{2f}\Theta\right], \qquad (23)$$

$$r = E'\frac{f_b - f}{2f}\Theta. \qquad (24)$$

[1] E. Heyn: Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 35, S. 1/25. 1917; G. Masing: Z. Metallkunde Bd. 16, S. 257/64. 1924; Naturwissensch. Bd. 12, S. 837/43. 1924; R. I. Anderson und E. G. Fahlmann: J. Inst. Metals Bd. 34, S. 271/300. 1925, II.

[2] Elastizitätskonstanten nach der Zusammenstellung von G. Sachs in Landolt-Börnstein, Erg.-Bd. 1927 geschätzt.

Zur Ausrechnung dieser Funktionen tragen wir aus Zahlentafel 1 und 2 in Abb. 2 die Meßwerte Λ und in Abb. 3 die Meßwerte Θ über dem Innenquerschnitt f auf. Die Übereinstimmung beider Versuche ist überraschend gut. Die Meßwerte ersetzen wir dann durch Ausgleichskurven, mit

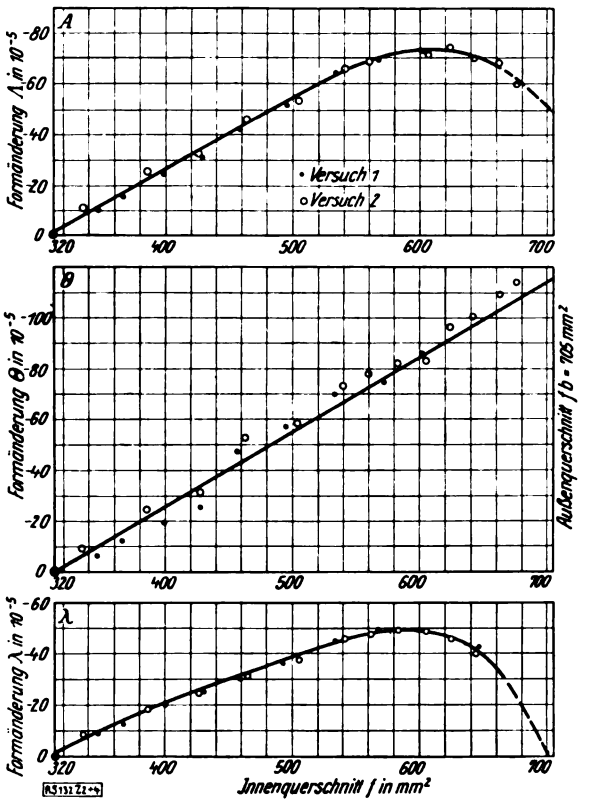
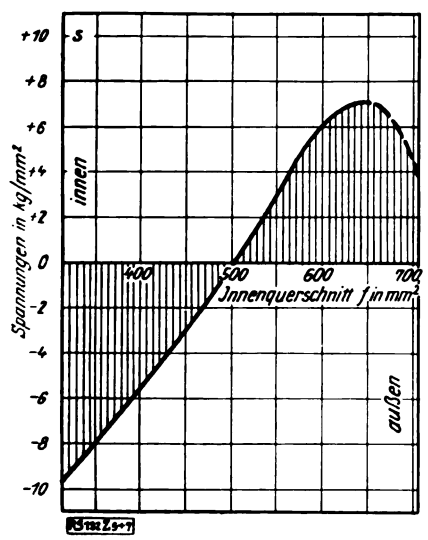


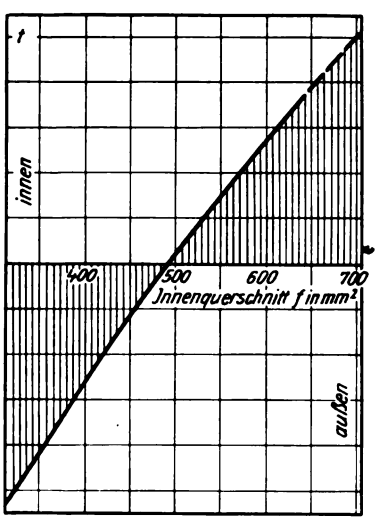
Abb. 2 bis 4. Verlauf der Formänderungen beim Ausdrehen eines Rohres aus Messing.

denen wir, um die Vergrößerung der Meßfehler durch die Differenzenbildung zu vermeiden, weiterarbeiten.

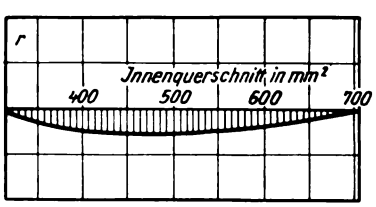
Den Ausgleichskurven greifen wir für runde Innenquerschnitte f die erforderlichen Größen Λ, Θ und ihre Differentialquotienten $\frac{d\Lambda}{df}$ und $\frac{d\Theta}{df}$ ab und tragen sie in Zahlentafel 4 ein. In Zahlentafel 4 ist dann die ganze Rechnung durchgeführt und die sich ergebenden Längsspannungen in Abb. 5, die Ringspannungen in Abb. 6 und die Radialspannungen in Abb. 7 aufgetragen.



Längsspannungen



Ringspannungen



Radialspannungen

Abb. 5 bis 7. Innere Spannungen in einem Messingrohr.

Digitized by Google

In Abb. 4 sind noch die Längenänderungen λ allein aufgetragen, und aus diesen nach Gleichung (20) — vgl. Zahlentafel 4 — die Spannungsverteilung nach Heyn und Bauer errechnet und in Abb. 8 aufgetragen.

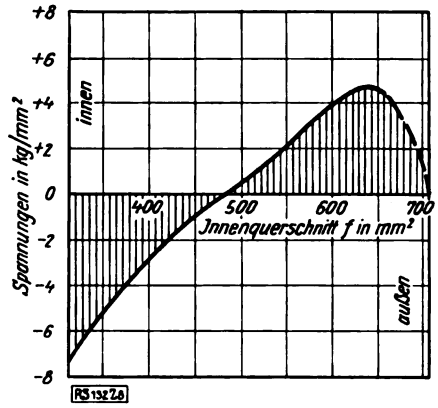


Abb. 8. Längsspannungen in einem Messingrohr nach dem Verfahren von E. Heyn und O. Bauer.

Der Kontrollversuch durch Abdrehen (von außen her), dessen Meßwerte in Zahlentafel 3 eingetragen sind, ergibt qualitativ eine gute Übereinstimmung mit den Ausdrehversuchen. Die Abweichungen gegenüber den Ausdrehversuchen liegen darin, daß die Längsspannungen bis etwa 30% größer, die Ringspannungen etwa 15% kleiner gefunden werden. Für die Spannungen gelten fast die gleichen Formeln (22) bis (24); nur tritt an die Stelle des Außenquerschnitts f_b der Innenquerschnitt f_a. Mit Rücksicht auf die geringere Zuverlässigkeit der Meßwerte in Zahlentafel 3 sei auf eine genauere Durchrechnung verzichtet.

Die durch Abb. 5 bis 8 veranschaulichten Versuchsergebnisse zeigen, daß im vorliegenden Falle die größten Ringspannungen (Abb. 6) wesentlich höher sind als die größten Längsspannungen (Abb. 5) und daß diese nicht an der Außenhaut, sondern in einiger Entfernung davon ihren Höchstwert haben. Die Längsspannungen ergeben sich ferner bis fast 40% höher als die nach Heyn und Bauer berechneten und weisen auch eine etwas andere Verteilung auf.

Für die Unterstützung bei den Versuchen sei dem Institutsangehörigen Hrn. Böhme bestens gedankt. Das Material stellte in dankenswerter Weise das Kabelwerk Oberspree der AEG. zur Verfügung.

Innere Spannungen in Metallen.

Von **G. Sachs**[1].

Das Verhalten von Metallen bei der Formgebung, Prüfung und im Gebrauch ist von einer so großen Zahl von Faktoren abhängig, daß es bisher nur sehr unvollkommen gelungen ist, eine Ordnung in die Mannigfaltigkeit der Vorgänge hineinzubringen[2]. Unter den verhältnismäßig durchsichtigen Erscheinungen von großer technischer Bedeutung lassen sich einige aus der mehr oder weniger klar vorstellbaren Wirkung von inneren Spannungen ableiten. Innere Spannungen bleiben nämlich in einem Körper stets zurück, wenn er in seinen einzelnen Teilen verschieden große Formänderungen erleidet. Solche ungleichmäßigen Verformungen können beim Erstarren und anderen schroffen Temperaturänderungen, bei Umwandlungsvorgängen und beim Verarbeiten und Prüfen der Werkstoffe eintreten.

Unter diesen sind besonders zwei Erscheinungen zum Inhalt einer Anzahl eingehender Untersuchungen gemacht worden: Das nachträgliche Aufreißen von kaltverformten Gegenständen aus Kupferlegierungen und die eigenartigen Verschiebungen der Elastizitäts- und Streckgrenze nach Kaltverformungen. Das Aufreißen richtet noch heute viel Schaden an, so daß die großen Werke besondere Vorkehrungen zu seiner Verhütung treffen müssen. Und die unter dem Namen Bauschingereffekt bekannte Unsymmetrie der Elastizitäts- und Streckgrenze beeinträchtigt stark die praktische Verwendung dieser Kennziffern und ist vielleicht wesentlich mit schuld an der allgemeinen Verwirrung über ihre tatsächliche Bedeutung.

Im folgenden werde ich diese beiden Erscheinungen zusammenfassend beschreiben und einige neue Versuche zu ihrer Klärung mitteilen.

Reckspannungen[1].

Die Rißbildung und das plötzliche Aufreißen (season-cracking) von Messing und anderen Kupferlegierungen ist eine bekannte Erscheinung. Stangen, Rohre und gezogene Gegenstände (z. B. Patronenhülsen) neigen besonders dazu. Bisweilen reißen Stangen schon unmittelbar nach der Herstellung oder beim Versand. Häufig tritt aber auch der Schaden erst nach jahrelangem Lagern oder im Gebrauch ein. Auch bei anderen Metallen, wie Stahl und Aluminium, treten ähnliche Fehler auf, wenn auch weit seltener als bei Messing.

Schon durch die ersten planmäßigen Untersuchungen über die Ursache der Aufreißgefahr[2] wurde festgestellt, daß der schadhafte Werkstoff stets kaltverformt und nicht nachträglich geglüht war, und daß geringfügige Anlässe den Bruchvorgang auslösen.

Der Anlaß kann durch Erschütterungen oder kleine mechanische Verletzungen, wie z. B. beim Abdrehen, gegeben sein. Auch plötzliche örtliche Temperaturänderungen können bei einem Gegenstand, der zum Aufreißen neigt, den Schaden hervorrufen. So zeigt Abb. 1 ein Dreikantrohr aus Messing, das beim Eingießen von Zink aufplatzte.

[1] Original: Z. V. d. I. Bd. 71, S. 1511/16. 1927.

[2] Ein Versuch in dieser Richtung ist in dem Werk „Grundbegriffe der mechanischen Technologie", Leipzig 1925, unternommen worden.

[1] Herrn Obering. W. Wunder bin ich für Mitteilung einer Anzahl von Tatsachen aus seinem reichen Erfahrungsschatz und für die Unterstützung bei der Auswahl des Versuchsmaterials zu Dank verpflichtet.

[2] H. Leistner: Z. f. Metallkunde Bd. 16, S. 429. 1924; C. Diegel: Verh. Ver. Bef. Gewerbefleiß Bd. 85, S. 177. 1906.

Digitized by Google

In der Mehrzahl der bekanntgewordenen Fälle ist der Bruch jedoch durch einen chemischen Angriff ausgelöst worden. Das Aufreißen beim Lagern wird auf Oxydation, Witterungseinflüsse oder Gasangriff zurückgeführt. Besonders wirksam sind flüssige Metalle[1], und bei Messing Ammoniak[2] und Quecksilbersalzlösungen[3].

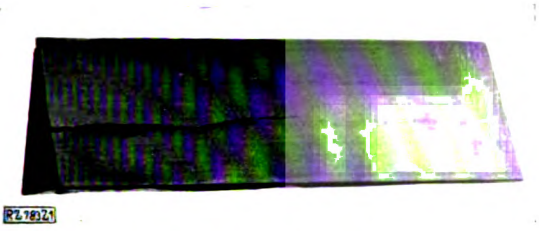


Abb. 1. Dreikantrohr aus Messing, beim Eingießen von Zink aufgeplatzt.

Zum Nachweis der Aufreißneigung bei Messing taucht man den betreffenden Gegenstand heute in Quecksilber oder verdünnte Quecksilbersalzlösungen ein. Der Gegenstand reißt dann, Abb. 2 und 3, nach einiger Zeit auf. Abb. 2 zeigt einen Rohrabschnitt, der in Sublimatlösung (10%) nach 3 St., Abb. 3 einen Stangenabschnitt, der nach etwa einem Tag aufgerissen ist. Das Rohr ist der Länge nach aufgeplatzt; auf der Oberfläche der Stange ist ein Netz von Längs- und Querrissen entstanden.

Abb. 2. Rohrabschnitt von Messing, in Quecksilbersalz-Lösung aufgerissen.

Abb. 3. Stangenabschnitt von Messing, in Quecksilbersalz-Lösung aufgerissen.

Nur kaltverformter Werkstoff neigt zum Aufreißen. Durch Glühen wird die Gefahr beseitigt; und in den ersten Untersuchungen wurde schon erkannt, daß hierzu Temperaturen ausreichen, bei denen die Härtung durch die Kaltverformung noch nicht beeinträchtigt wird. Messinggegenstände, bei denen die Aufreißneigung vorliegt, pflegt man heute bei 250 bis 300° C auszuglühen.

Auch hat sich gezeigt, daß die Aufreißgefahr von Drähten, Stangen und Profilen wesentlich vermindert wird, wenn sie gerade gerichtet werden. Für Stangen verwendet man besondere Richtmaschinen oder Abrollbänke, in denen die Stangen durch schräglaufende Walzen umlaufend eingezogen und dabei um einen geringen Betrag gestaucht werden. Drähte zieht man über eine Anzahl von Rollen oder Nägeln, und Profile kann man durch ein schwaches Strecken in einer Ziehbank richten. Wenn aus irgendwelchen Gründen ein Ausglühen oder Richten unterbleibt, so hilft man sich dadurch, daß man Stangen mit einem Holzhammer abklopft, Drahtringe auf den Boden staucht oder in irgendeiner anderen Weise kleine bleibende Verformungen erzwingt. Aber selbst durch Abrollen wird die Aufreißgefahr nur unvollkommen beseitigt. Wie Abb. 4 zeigt, riß ein Abschnitt von einer abgerollten Stange noch in Quecksilbersalzlösung nach einem Tag an den Enden ein.

Schon frühzeitig ist erkannt worden, daß für das Aufreißen innere Spannungen verantwortlich sind, die nach Kaltverformungen im Werkstoff zurückbleiben. Eine klare Vorstellung von der Bedeutung innerer Spannungen (Reckspannungen) für das Aufreißen und ein Verfahren zur Bestimmung ihrer Größe und Verteilung verdanken wir jedoch erst Heyn und Bauer[1]. Durch Abdrehen oder Ausdrehen von Stangen (und Rohren) entstehen Längenänderungen, aus denen die inneren Spannungen berechnet wurden. Andere Forscher haben sich dann ein mehr überschlägliches Bild von den größten Spannungen, die im Werkstoff nach der Verformung zurückbleiben, dadurch zu verschaffen gesucht, daß sie die beim Loslösen von Streifen des Gegenstandes eintretenden Verkrümmungen feststellen[2]. Erwärmen auf niedrige Temperaturen beseitigt die inneren Spannungen[3], und zwar um so vollständiger, je größer die vorangegangene Kaltverformung war. Durch Richten verschwinden die Zugspannungen an der Außenhaut[4], durch Abrollen werden sie in Druckspannungen verwandelt[5].

[1] H. J. Miller: J. Inst. Met. Bd. 37, S. 183. 1927; H. J. Hartley: J. Inst. Met. Bd. 37, S. 193. 1927; R. Genders: J. Inst. Met. Bd. 37, S. 215. 1927.

[2] C. Diegel: a. a. O.

[3] H. Leistner: a. a. O.

[1] E. Heyn und O. Bauer: Int. Z. Metallogr. Bd. 1, S. 16. 1911; Stahleisen Bd. 31, S. 760. 1911; Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 29, S. 1. 1911; E. Heyn: Stahleisen Bd. 32, S. 2097. 1912; Bd. 37, S. 442ff. 1917; Bd. 38, S. 846. 1918; Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 35, S. 1. 1917; Naturwissensch. Bd. 9, S. 321. 1921.

[2] P. D. Merica und R. W. Woodward: Bur. Stand. Techn. Papers Nr. 82. 1917; W. H. Hatfield und G. L. Thirkell: J. Inst. Met. Bd. 22, S. 67. 1919, II; A. M. Portevin: J. Iron Steel Inst. Bd. 108, S. 71. 1923 II; R. J. Anderson und E. G. Fahlmann: J. Inst. Met. Bd. 32, S. 367. 1924 II.

[3] H. Heyn: Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 33, S. 1. 1917; A. Moore und S. Beckinsale: J. Inst. Met. Bd. 23, S. 225. 1920 I; Bd. 25, S. 35. 1921 I; Bd. 27, S. 149. 1922 I; H. Moore, S. Beckinsale und C. E. Mallinson: J. Inst. Met. Bd. 25, S. 35. 1921 I; S. Beckinsule: J. Inst. Met. Bd. 29, S. 285. 1923 I; G. Masing: Z. Metallkunde Bd. 16, S. 257ff. 1924; R. J. Anderson und E. G. Fahlmann: J. Inst. Met. Bd. 34, S. 271. 1925 II.

[4] G. Masing: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 183. 1925.

[5] Ich verdanke diese Angabe, die durch die vorliegenden Versuche bestätigt wird, einer noch unveröffentlichten Untersuchung von Prof. Dr.-Ing. e. h. O. Bauer.

Digitized by Google

Einen praktisch vollständigen Einblick in die Spannungsverteilung kann aber auch das Verfahren von Heyn und Bauer nur für Bleche geben, wo hauptsächlich Spannungen in der Walzrichtung auftreten. Aber bei Stangen und Rohren zeigt es sich, daß ein Aufreißen in den meisten Fällen nicht in der Querrichtung, Abb. 3, sondern in der Längsrichtung, Abb. 2 und 4, eintritt.

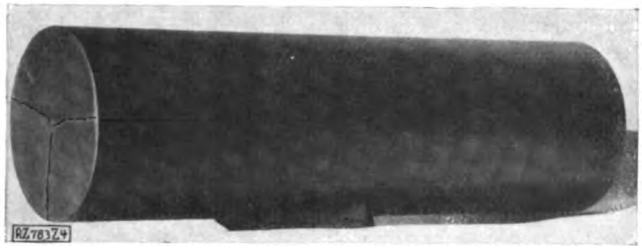


Abb. 4. Abschnitt einer gerichteten Messingstange, in Sublimatlösung aufgerissen.

Die Spannungen, die zu solchen Brüchen führen, müssen dann aber in Richtung des Querschnittumfanges gerichtet sein[1].

Die Feststellung solcher Ringspannungen t, neben den Längsspannungen s, und auch der Radialspannungen r, die den Spannungszustand vervollständigen, kann man jedoch durch Erweiterung des Gedankenganges von Heyn und Bauer leicht vornehmen[5]. Dreht man einen Stab- oder Rohrabschnitt vom Querschnitt f_b stufenweise von innen auf einen Querschnitt f aus und stellt außer dem Verlauf der dabei entstehenden Längenänderungen λ auch den der Dickenänderungen ϑ fest,

$$s = \frac{E}{1-\mu^2}\left[(f_b - f)\frac{\mathrm{d}(\lambda + \mu\vartheta)}{\mathrm{d}f} - (\lambda + \mu\vartheta)\right]$$

$$t = \frac{E}{1-\mu^2}\left[(f_b - f)\frac{\mathrm{d}(\vartheta + \mu\lambda)}{\mathrm{d}f} - \frac{f_b + f}{2f}(\vartheta + \mu\lambda)\right]$$

$$r = \frac{E}{1+\mu^2}\frac{f_b - f}{2f}(\vartheta + \mu\lambda),$$

worin E den Elastizitätsmodul, μ die Querdehnungszahl des Stoffes bedeutet.

Auf diesem Wege wurde der innere Spannungszustand in Rohren und verschieden behandelten Stangen aus 58er Messing ermittelt[1]. Abb. 5 bis 22 veranschaulichen das Ergebnis einiger Versuche, wobei die ermittelten Spannungen über dem sich beim Ausdrehen vergrößernden Hohlquerschnitt aufgetragen sind.

In einem Messingrohr, das in Sublimatlösung nach 3 St. aufriß, waren die Ringspannungen an der hauptsächlich gefährdeten Außenhaut wesentlich größer als die Längsspannungen, Abb. 5 bis 7. Dies steht in schöner Übereinstimmung mit dem Verlauf des durch Quecksilbersalzlösung hervorgerufenen Risses, Abb. 2. Die größten Spannungen lagen mit 10 kg/qmm nur in der Höhe von etwa $^1/_4$ der Festigkeit des Werkstoffes. Die Radialspannungen sind ohne Bedeutung.

Bei einer Messingstange, die auf 33 mm Dmr. gepreßt und dann in einem Zuge auf 30 mm herabgezogen wurde, waren die Spannungen mehrfach höher als im Rohr, Abb. 8 bis 10. Trotzdem riß die Stange erst nach eintägigem Lagern in Sublimat auf. Die Quecksilberprüfung gibt also in der Dauer bis zum Aufreißen keine Auskunft über die Größe der Spannungen; kompaktere Gegenstände brauchen anscheinend längere Zeit zum Bruch als dünnwandige. Bei der Stange erwiesen sich nach Abb. 8 und 9 die Längs- und Ringspannungen an der Außenhaut als annähernd gleich groß; daher zeigt die Stange, entsprechend Abb. 3, nach der Quecksilberprüfung ein Netz von Längs- und Querrissen.

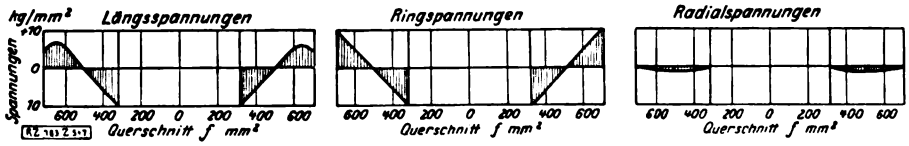


Abb. 5 bis 7. Innere Spannungen in einem Messingrohr.

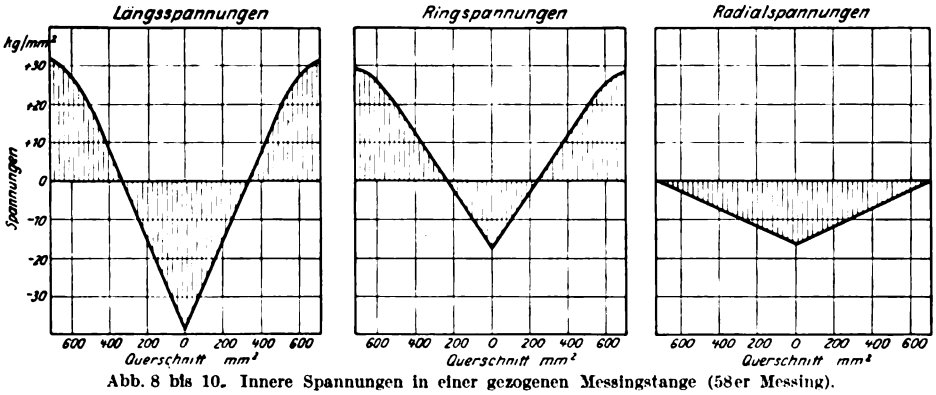


Abb. 8 bis 10. Innere Spannungen in einer gezogenen Messingstange (58er Messing).

Durch Anlassen auf 300°, 1 St., wurden die Spannungen innerhalb der Fehlergrenzen der Messung (± 1 kg/qmm) vollständig beseitigt. Die Härte ($H_{10\,250}$) fiel hierbei nur von 139 auf 111 Einheiten. Die Härte des bei 560° ausgeglühten Stoffes wurde zu 68 bestimmt.

Durch Abrollen wurde der Spannungszustand in den Stangen entsprechend Abb. 11 bis 13 gänzlich verändert. Die Zugspannungen an der Oberfläche der unabgerollten Stange sind bis zu einer Tiefe von etwa $^1/_8$ der Stabdicke in Druckspannungen verwandelt, und im übrigen Teil der Stange ist zwar die Verteilung der Spannungen ähnlich geblieben, ihre Größe aber etwa auf die Hälfte herabgesetzt. In Sublimatlösung riß ein Abschnitt der abgerollten Stange jedoch noch, entsprechend Abb. 4.

so können die Spannungen nach folgenden Gleichungen berechnet werden:

[1] E. Heyn: Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 35, S. 1. 1917; R. H. N. Vaudrey und W. E. Ballard: Trans. Faraday Soc. Bd. 17, S. 52. 1921; H. Moore und S. Beckinsale: J. Inst. Met. Bd. 27, S. 149. 1922; R. J. Anderson und H. Fahlmann: J. Inst. Met. Bd. 32, S. 367. 1924 II.

[5] G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 352. 1927.

[1] Der Werkstoff wurde freundlichst vom Kabelwerk der A. E. G. zur Verfügung gestellt.

Digitized by Google

an den Enden auf. Dies erklärt sich dadurch, daß im Schnitt Teile der Stange freigelegt werden, die unter

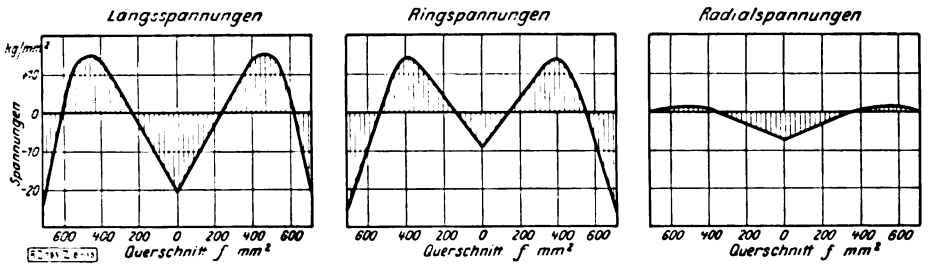


Abb. 11 bis 13. Innere Spannungen in einer abgerollten Messingstange.

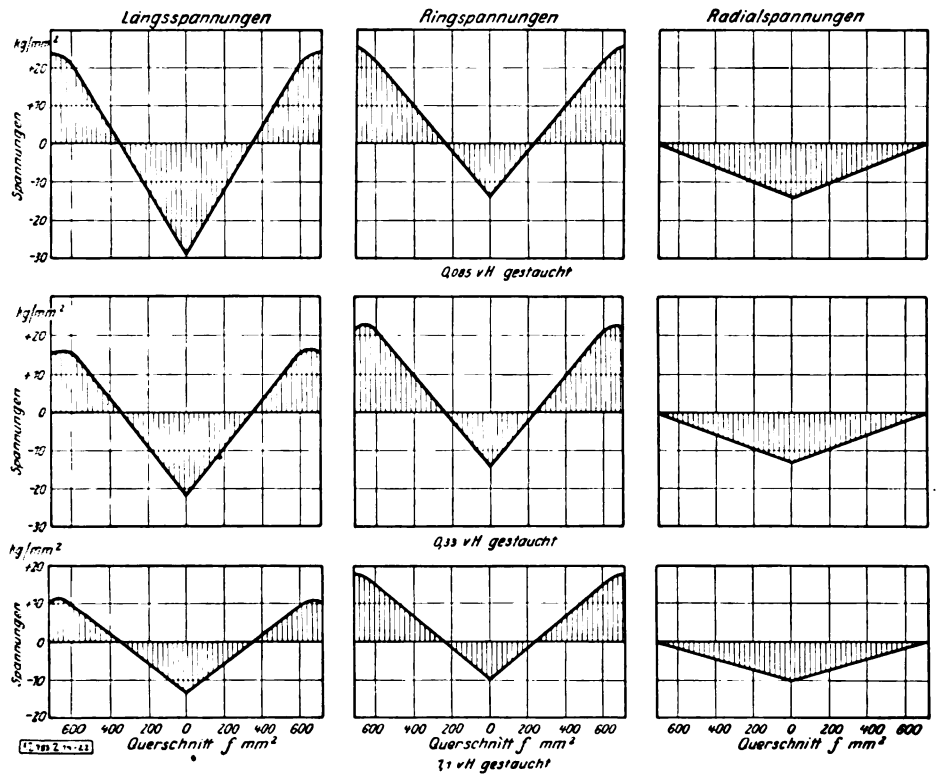


Abb. 14 bis 22. Veränderung der inneren Spannungen einer Messingstange durch Stauchen.

Zugspannungen stehen. In einem solchen Falle wird also die Aufreißgefahr durch das Abrollen nicht beseitigt.

Die Wirkung des Abklopfens läßt sich auf dem hier eingeschlagenen Wege schlecht verfolgen, da durch die wenig durchsichtige Verformung die Spannungsverteilung sicherlich ungleichmäßig beeinflußt wird. Die Berechnung der Spannungen setzt aber voraus, daß der Zustand der Stangen angenähert rotationssymmetrisch ist. Dagegen dürfte das Strecken in der Ziehbank nicht anders als Stauchen wirken. Es wurden daher Rohrabschnitte um 0,085, 0,33 und 1,1% gestaucht. Wie Abb. 14 bis 22 zeigen, bewirkt zunehmendes Stauchen allmählich die erwartete Verminderung der Spannungen, und zwar besonders der Längsspannungen. In Abb. 23 ist die Veränderung der Längs- und Ringspannungen in Abhängigkeit von der Größe der Stauchung aufgetragen. Eigenartigerweise reicht selbst eine Verformung von 1,1% noch nicht aus, um die Spannungen vollständig zu beseitigen.

Die Aufreißgefahr von Messing usw. kann also zuverlässig mit der Anwesenheit von Reckspannungen verknüpft werden. Das Zurückbleiben innerer Spannungen nach ungleichmäßigen Verformungen ist durch die Gesetze der Spannungsverteilung gegeben und sogar in einfachen Fällen (Biegen, Verdrehen) rechnerisch faßbar[1]. Ihre Anwesenheit ist nicht auf Metalle beschränkt, sondern sie treten bei jedem Stoffe auf, der die Fähigkeit zum Fließen aufweist. Auch bei gebogenen Steinsalzkristallen können z. B. Reckspannungen durch Formänderungen, die beim Ablösen der Oberflächenschichten entstehen, nachgewiesen werden[2].

Der Zusammenhang zwischen der Aufreißgefahr und der Größe und Verteilung der inneren Spannungen ist jedoch nicht einfach. Der Bruch, der übrigens stets längs den Korngrenzen verläuft, tritt dort ein, wo unter Zugspannungen stehende Teile durch chemischen Angriff geschwächt oder zusätzlichen Beanspruchungen ausgesetzt werden. Risse bilden sich dementsprechend im großen ganzen senkrecht zur Richtung der Zugspannungen aus. Die Größe der Zugspannungen ist jedoch anscheinend nicht allein bestimmend für die Aufreißgefahr.

Bei dem untersuchten Rohr war die Aufreißgefahr, wenigstens nach der Quecksilberprüfung beurteilt, größer als bei der Stange, während die inneren Spannungen im

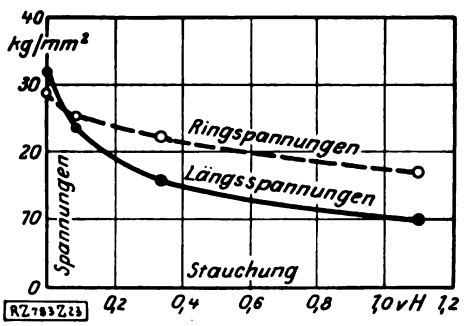


Abb. 23. Veränderung der größten Zugspannungen in Messingstangen durch Stauchen.

umgekehrten Verhältnis zueinander standen. Anderseits ist es aber in der Praxis bekannt, daß Stangen stär-

[1] Vgl. A. und L. Föppl: Drang und Zwang, Bd. II, S. 297. München und Berlin 1920.

[2] M. Polanyi und G. Sachs: Z. Phys. Bd. 33, S. 692. 1925.

Digitized by Google

ker als Rohre zum Aufreißen neigen. Danach würde also die zahlenmäßige Ermittlung der inneren Spannungen über ihre Wirkung einen besseren Aufschluß geben als die Quecksilberprüfung. Auch führt diese nur bei einigen Messingsorten zum Erfolg, und ihre Wirksamkeit ist von der Zusammensetzung der Legierung abhängig. Die genaue Bestimmung der inneren Spannungen bietet also einen wesentlich vollständigen Einblick in den Zustand des Stoffes; die zuverlässige Durchführung ist aber umständlich[1] und das Verfahren nur bei einfach gestalteten Gegenständen anwendbar.

Eine überschlägliche Ermittlung der inneren Spannungen aus den Verbiegungen beim Ausschneiden von Streifen gibt dagegen keinen sicheren Aufschluß. Es kann eine Spannungsverteilung vorliegen, wo, wie bei der abgerollten Messingstange, die inneren Spannungen kein Moment ausüben und ein ausgeschnittener Streifen sich infolgedessen nicht verbiegen würde. Das Verfahren erscheint daher nur dann aufschlußreich, wenn man von vornherein über die Verteilung der inneren Spannungen unterrichtet ist und sich nur ein Bild von ihrer Größe verschaffen will.

Elastizitätsgrenze und Streckgrenze.

Es ist eine heiß umstrittene Frage, welche praktische Bedeutung den Kennziffern Elastizitäts-, Proportionalitäts- und Streckgrenze (bei Nichteisenmetallen[2]) zukommt, die das Auftreten kleiner bleibender Verformungen anzeigen. Von der einen Seite wird betont, daß ein Konstruktionsteil im Betriebe keine bleibenden Verformungen erleiden dürfe und daher die Feststellung der genannten Grenzen für eine genaue Beurteilung unerläßlich sei. Von der Gegenseite wird eigentlich nur eingewendet, daß eine zuverlässige Ermittlung dieser Kennziffern für die Praxis zu umständlich sei. Bisweilen wird auch darauf hingewiesen, daß allgemeine Vereinbarungen über diese Grenzen vorläufig nicht beständen und daher mit den bisher bekanntgewordenen Zahlenangaben wenig anzufangen sei. Dagegen gäbe die Festigkeit, wenn sie vielleicht auch vom physikalischen Gesichtspunkt aus nicht einfach zu deuten sei, einen zuverlässigen Anhalt für die Belastungsfähigkeit eines Werkstoffes, besonders, wenn, wie bei Dauerversuchen, die Beanspruchungsverhältnisse denen in der Praxis angepaßt würden.

Gegen eine Verwendung der Elastizitäts-, Proportionalitäts- und Streckgrenze als Kennziffern liegen jedoch noch viel wichtigere Bedenken als die angeführten vor. Wie schon Bauschinger[3] bezüglich der Proportionalitätsgrenze erkannte, sind diese Grenzen außerordentlich empfindlich, ohne daß damit wirkliche Eigenschaftsänderungen des Werkstoffes angezeigt werden. Durch eine kleine Dehnung wird z. B. die Proportionalitätsgrenze gegen Zug erhöht, gegen Druck herabgesetzt (Bauschingereffekt). Die Beobachtung von Bauschinger ist, wie die Versuche von Masing[1] an Messing gezeigt haben, von allgemeiner und grundlegender Bedeutung. Sie wird bei Stahl allerdings durch eine Reihe anderer verwickelter Erscheinungen verdeckt, die vorläufig noch

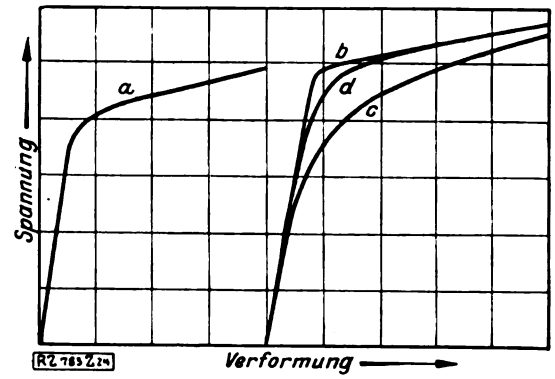


Abb. 24. Kennzeichnende Verformungskurven. a geglüht, b c kaltverformt in gl. Richtung wie kaltverformt in entgegengesetzter Richtung, d angelassen.

ungeklärt sind[2] und vermutlich mit dem eigenartigen Vorgang des Alterns zusammenhängen.

Aus den Untersuchungen von Masing sowie eigenen Versuchen läßt sich für einen Stoff ohne natürliche Streckgrenze, also z. B. Messing und Duralumin, folgendes Verhalten als kennzeichnend ansehen.

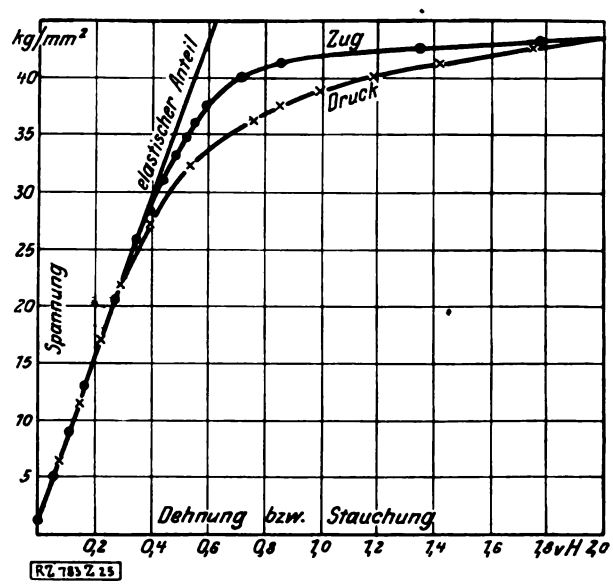


Abb. 25. Verformungskurven von gezogenem Duralumin (Marke 681 BH).

Im unbeanspruchten Zustande (gegossen oder geglüht) gehen, Abb. 24a, dem eigentlichen Fließen bleibende Verformungen bis 0,5% und darüber voraus; sie nehmen mit steigender Last zu, während das eigentliche

[1] G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 352. 1927.

[2] Von der Streckgrenze des weichen Stahls, die im Gegensatz zu der Streckgrenze von Nichteisenmetallen eine Naturgrenze ist (vgl. M. Moser: Forschungsarb. V. d. I. H. 285, S. 74), ist hier nicht die Rede. Dagegen dürfte sich harter Stahl vielfach ganz ähnlich wie Nichteisenmetalle verhalten.

[3] J. Bauschinger: Mitt. Mech.-Techn. Laborat. München H. 13. 1886; Ziviling. Bd. 27, S. 289. 1881.

[1] G. Masing: Z. techn. Phys. Bd. 6, S. 569. 1925; Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 5, S. 135. 1926; G. Masing und W. Mauksch: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 4, S. 74. 1925; Bd. 5, S. 142. 1926.

[2] J. Muir: Phil. Trans. (A) Bd. 193, S. 1. 1900; Bd. 198, S. 1. 1902; M. Rudeloff: Mitt. K. Techn. Vers.-Anst. Berlin 1901, Erg.-Heft 1; I. A. van den Brock: Carnegie Scolarship Mem. Bd. 9, S. 125. 1918; vgl. Z. Metallkunde Bd. 12, S. 150. 1920; F. Körber und W. Rohland: Mitt. Eisenforsch. Bd. 5, S. 37—54. 1924.

Digitized by Google

Fließen, besonders bei Stoffen mit geringer Verfestigung, ziemlich plötzlich einsetzt.

Wird ein Probestab bis zu einem gewissen Betrage vorgereckt, etwa durch Zug, so treten nun bei wiederholter Zugbeanspruchung, Abb. 24 *b*, vor dem Fließen nur geringe bleibende Reste auf. In umgekehrter Richtung jedoch, also im betrachteten Falle bei Druckbeanspruchung, sind schon, wie Abb. 24 *c* zeigt, bei den geringsten Lasten erhebliche bleibende Verformungen da; und das eigentliche Fließen setzt erst bei Verformungen von mehreren Hundertsteln ein. Der eigentliche Fließbeginn ist natürlich bei einem solchen Kurvenverlauf schwer festzustellen.

Durch Anlassen bei niedrigen Temperaturen nähern die Zug- und Druckkurve wieder einander und können bei genügend hoher Anlaßtemperatur zusammenfallen. Die gemeinsame Kurve, Abb. 24 *d*, zeigt dann ein ähnliches Aussehen wie die Kurve des geglühten Werkstoffes, kann aber, da bei niedriger Glühtemperatur eine etwaige Verfestigung nur unvollkommen beseitigt wird, wesentlich höher verlaufen.

Durch das Auftreten der Verfestigung werden die beschriebenen Kurvenformen etwas verwischt, jedoch nicht so stark, als daß sie nicht bei jedem bisher untersuchten Stoff deutlich unterscheidbar sind.

Bei einem verformten Stoff kann also eigentlich von einer Elastizitäts- und Streckgrenze gar nicht gesprochen werden, da sie von der Art der Beanspruchung stark abhängig sind. So zeigt Abb. 25 die Zug- und Druckkurve von Abschnitten eines gezogenen Duraluminstabes. Die Zugkurve läuft zunächst wesentlich höher als die Druckkurve. Nehmen wir der Einfachheit halber eine entsprechende Abweichung von der elastischen Geraden (Elastizitätsmodul ~7250 kg/qmm) als Maß für die bleibende Verformung an, so finden wir für Zug oder Druck die Elastizitätsgrenze $\sigma_{0,03}$ (0,03% bleibende Verformung)

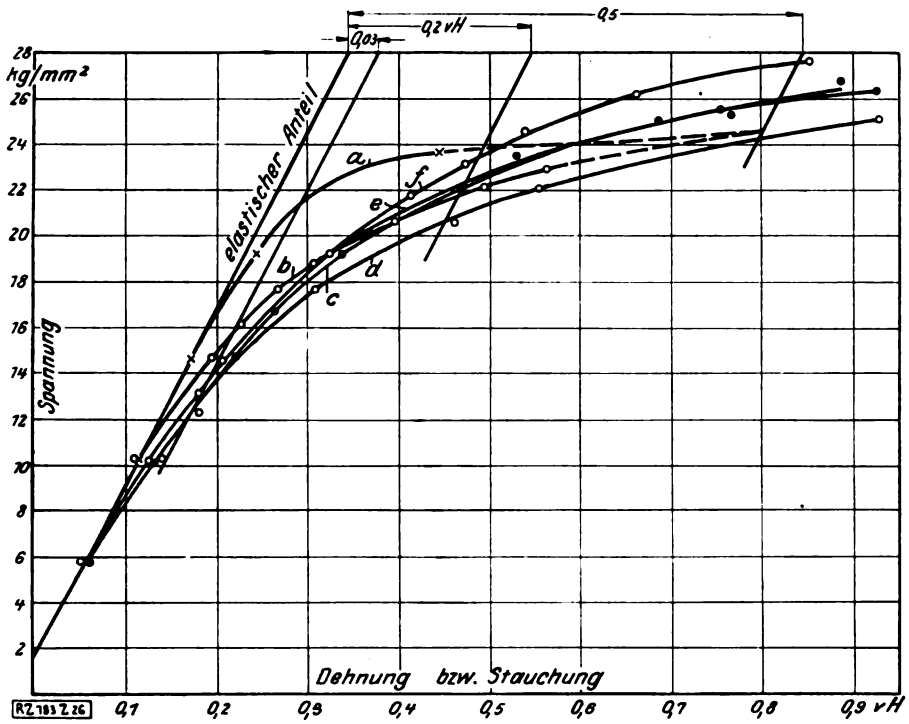


Abb. 26. Verformungskurven von Duralumin bei abwechselnder Zug- und Druckbeanspruchung. *a* Druckkurve des veredelten Stoffes, *b* Zug nach 0,163% Stauchung, *c* Druck nach 0,292% Dehnung. *d* Zug nach 0,611% Stauchung. *e* Druck nach 1,29% Dehnung. *f* Zug nach 2,42% Stauchung.

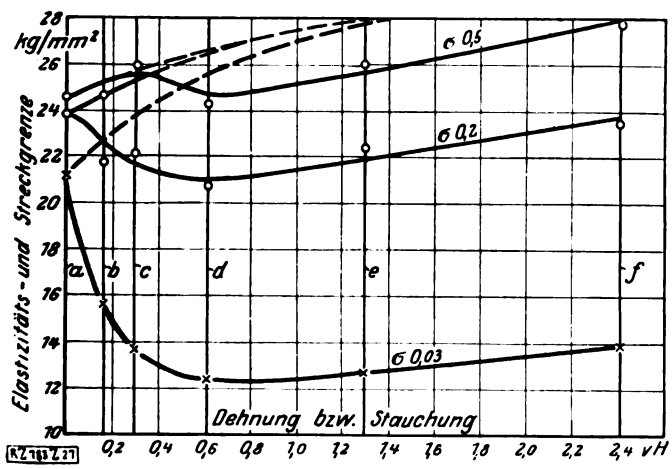


Abb. 27. Beeinflussung der Elastizitäts- und Streckgrenze von Duralumin durch vorangegangene Verformungen in entgegengesetzter Richtung. (Gestrichelt ist die Veränderung bei gleichgerichteter Beanspruchung eingezeichnet.) *a* Druck vergütet. *b* Zug nach 0,163% Stauchung. *c* Druck nach 0,292% Dehnung. *d* Zug nach 0,611% Stauchung. *e* Druck nach 1,29% Dehnung. *f* Zug nach 2,42% Stauchung.

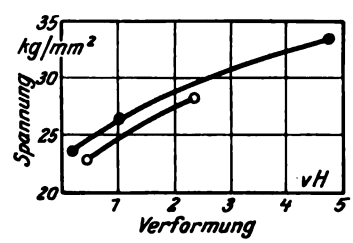


Abb. 28. Verfestigung von Duralumin (681 B) bei wechselnder Beanspruchung.

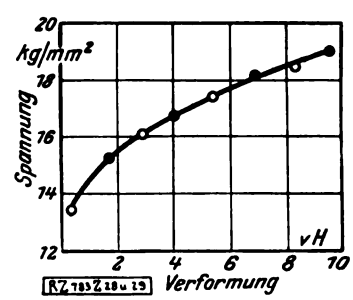


Abb. 29. Verfestigung von Messing (Ms 72) bei wechselnder Beanspruchung.

bei 27 oder 32 kg/qmm, die Streckgrenze $\sigma_{0,2}$ bei 35 oder 40,5 kg/qmm und $\sigma_{0,5}$ bei 39 oder 42 kg/qmm. Je nach der Richtung der Beanspruchung können also Unterschiede bis 20% und bei empfindlicheren Grenzen, etwa $\sigma_{0,001}$, noch wesentlich größere auftreten.

Bis zu welchem Grade diese Unsymmetrie bei geglühtem Duralumin unmittelbar nach einer Beanspruchung

Digitized by Google

anwachsen kann, zeigen Abb. 26 und 27. Die Versuche wurden so ausgeführt, daß ein Probestab abwechselnd durch Zug und Druck um wachsende Beträge (0,1%, 0,3%, 0,6%, 1,3%, 2,4%) verformt und jedesmal die Spannungs-Verformungskurven verfolgt wurden. Wie besondere Versuche gezeigt haben, ist der Verlauf einer solchen Kurve in Abb. 26 praktisch der gleiche, wie wenn die vorangegangene Verformung unmittelbar an geglühtem Werkstoff vorgenommen wurde. Durch einen bestimmten Verformungsbetrag wird also die Vorbehandlung, wenn sie in erheblich geringeren Verformungen besteht, beseitigt, d. h. nur hinsichtlich des allgemeinen Kurvenverlaufs, nicht aber in bezug auf die Höhe der Verfestigung. Diese schreitet vielmehr entsprechend Abb. 28 und 29 mit jeder Verformung weiter fort; bei Duralumin, Abb. 28, ist dabei im Gegensatz zu Messing, Abb. 29, der Widerstand gegenüber Druck etwas größer als gegenüber Zug.

Den Verformungskurven, Abb. 26, sind dann wieder die entsprechenden Abweichungen von der elastischen Geraden (Elastizitätsmodul $\sim$7700 kg/qmm) als Elastizitäts- und Streckgrenze entnommen und in Abb. 27 in Abhängigkeit vom vorangegangenen Verformungsbetrage (der in umgekehrter Richtung erfolgt war) aufgetragen. Zum Vergleich ist in Abb. 27 gestrichelt die Veränderung der Elastizitäts- und Streckgrenze bei gleichgerichteter Beanspruchung eingezeichnet. Abb. 27 ist zu entnehmen, daß die Elastizitätsgrenze $\sigma_{0,03}$ von Duralumin durch eine vorangegangene Verformung in einer der Prüfrichtung umgekehrten Richtung bis unter den halben Wert herabgedrückt werden kann, den sie bei Prüfung in der gleichen Richtung wie vorangegangen annimmt. Die größte Wirkung tritt bei etwa 0,7% ein; darüber steigt die Elastizitätsgrenze wieder infolge Verfestigung. Die Streckgrenzen $\sigma_{0,2}$ und $\sigma_{0,5}$ sind weniger beeinträchtigt, verhalten sich im übrigen gleichartig wie die $\sigma_{0,03}$-Grenze. Niedriger liegende Grenzen können bis auf Null herabgedrückt werden. Bei Messing wurden noch stärkere Unterschiede als bei Duralumin festgestellt.

Zur Erklärung der beschriebenen verwickelten Erscheinungen (Bauschingereffekt) ist Heyn[1] von der Vorstellung ausgegangen, daß jeder wirkliche Stoff aus verschiedenen harten Teilchen besteht. Bei einem solchen Verbundkörper würden zunächst allein die weicheren Teilchen fließen, bis die Elastizitätsgrenze der härteren erreicht ist. Wegen der ungleichmäßigen Spannungsverteilung müssen dann bei der Entlastung innere Spannungen zurückbleiben; und bei entgegengesetzter Beanspruchung muß frühzeitig Fließen einsetzen. Die Modellvorstellung (Federn in einer plastischen Masse) von Heyn erklärt also in der Tat das Auftreten des Bauschingereffektes.

Masing[2] hat dann zur Erklärung des Bauschingereffektes den Aufbau des Werkstoffes aus einem Haufwerk von Kristallen mit verschieden hohen Elastizitätsgrenzen herangezogen. Auf Grund dieser Vorstellung konnte er aus der ursprünglichen Kurve die Kurve bei entgegengesetzter Beanspruchung mit einiger Annäherung berechnen[1]. Die Versuche ergaben jedoch stets einen größeren Effekt, d. h. einen flacheren Kurvenverlauf als die Rechnung. Als Erklärung hierfür erwägt Masing auch die Möglichkeit, daß sich der einzelne Kristall einseitig verfestige.

Versuche an einzelnen Kristallen von Messing, die ich gemeinsam mit H. Shoji durchgeführt habe[2], ergaben nun überraschenderweise ähnliche große Effekte wie bei gewöhnlichen kristallinen Werkstoffen. Hierbei fällt noch besonders ins Gewicht, daß das Fließen bei Kristallen schon bei sehr geringen Spannungen ($\sim$2,5 kg/qmm) lebhaft einsetzt und die elastischen Formänderungen dann sehr gering sind. Die Bedeutung dieser Versuche liegt darin, daß ein Kristall nicht gut als ein Verbundkörper gedacht werden kann, eine Vorstellung, die für eine Erklärung des Bauschingereffektes auf Grund innerer Spannungen nicht zu umgehen ist. Auf der anderen Seite verhält sich der Bauschingereffekt gegenüber Temperaturerhöhungen so vollständig gleichartig den Reckspannungen, daß an einem Zusammenhang mit inneren Spannungen kaum gezweifelt werden kann. Eine Klärung dieser Widersprüche dürfte von erheblicher Bedeutung für unsere Vorstellung vom kristallinen Körper werden.

Mit dem Bauschingereffekt eng verknüpft ist wahrscheinlich auch die Veränderung der Elastizitätskonstanten durch Kaltverformung. Durch Anlassen auf niedrige Temperaturen wird nach den schon vor einiger Zeit abgeschlossenen Versuchen von Kuntze[3]) ebenfalls ein Anteil der Veränderung beseitigt, in ganz gleichartiger Weise wie beim Bauschingereffekt. Und zwar ist der Elastizitätsmodul, der auf übliche Weise gemessen wird, in der Regel auffallend niedrig, so daß anzunehmen ist, daß auch bei den kleinsten Belastungen durch die inneren Spannungen bleibende Verformungen hervorgerufen werden.

Die Reckspannungen und die inneren Spannungen, die für den Bauschingereffekt und die Beeinflussung des Elastizitätsmoduls verantwortlich gemacht werden, sind nicht der gleichen Art. Der Bauschingereffekt tritt auch dann nach Kaltverformungen auf, wenn Reckspannungen fehlen; wenn jedoch Reckspannungen nachweisbar sind, dürfte damit auch stets ein Bauschingereffekt verbunden sein. Dies erklärt sich dadurch, daß ein ungleichmäßiges Fließen in großen Bereichen, das zum Auftreten der Reckspannungen führt, vermieden werden kann. Dies ist z. B. bei Zugversuchen der Fall, wo nach einigen Messungen an Messing und Kupfer Reckspannungen nicht nachgewiesen werden konnten. Selbst nach Ausbildung einer schwachen Einschnürung lagen die beim Ausdrehen des Einschnürungsgebietes auftretenden Formänderungen noch innerhalb der Versuchsfehlergrenzen. Innere Ungleichmäßigkeiten, wie sie für das Auftreten des Bauschingereffektes verantwortlich gemacht werden.

[1] E. Heyn: Festschrift Kais.-Wilh.-Ges. 1921, S. 121; vgl. auch H. Hencky: Z. ang. Math. Mech. Bd. 4, S. 223. 1924.

[2] G. Masing: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 3, S. 231. 1924.

[1] G. Masing: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 5, S. 135. 1926; G. Masing und W. Mauksch: Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 5, S. 142. 1926.

[2] G. Sachs und H. Shoji: Z. Physik Bd. 45, S. 776. 1927.

[3] W. Kuntze: Z. Metallkunde, Bd. 20, S. 64. 1928; W. Kuntze, G. Sachs und H. Sieglerschmidt: Z. Metallkunde, Bd. 20, S. 145. 1928.

Digitized by Google

sind dagegen im Mechanismus der Kristallverformung begründet und daher unvermeidlich.

Anderseits haben die Reckspannungen und der Bauschingereffekt eine sehr gleichartige Temperaturabhängigkeit gemeinsam. Nach größeren Verformungen werden z. B. bei Messing durch Anlassen auf 300° beide fast vollständig beseitigt. Dies ist die Hauptstütze der Auffassung, daß der Bauschingereffekt auf inneren Spannungen beruht. Auch röntgenographisch lassen sich sowohl bei gedehnten Kristallen als auch bei gezogenem Draht innere Spannungen nachweisen, die bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen unterhalb der Entfestigung und der Rekristallisation wieder verschwinden[1].

Es gibt aber wahrscheinlich noch andere Vorgänge, die ebenfalls mit inneren Spannungen zusammenhängen, aber in anderer Weise von der Temperatur beeinflußt werden. So konnten beim Erhitzen eines verdrehten Kupferstabes noch bis zu 700° hinauf Rückdrehungen festgestellt werden[2]. Dies scheint für die vielfach vertretene Aussicht zu sprechen, daß die Rekristallisation ihren Ursprung ebenfalls in inneren Spannungen hat[3]. Sie müßten jedoch wieder anderer Art sein als die hier besprochenen.

[1] A. E. van Arkel: Physica Bd. 5, S. 208. 1925; F. S. Goucher: Phil. Mag. (7) Bd. 7, S. 289. 1926; K. Becker: Z. Physik Bd. 42, S. 226. 1927; Frh. v. Göler und G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 410. 1927.

[2] M. Polanyi und G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 227. 1925.

[3] G. Masing: Z. Metallkunde Bd. 12, S. 457. 1920; M. Polanyi: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 94. 1925; G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 85. 1925; Bd. 18, S. 209. 1926; W. Feitknecht: J. Inst. Met. Bd. 35, S. 13. 1926 I.

Schließlich kann man heute das Verfestigungsproblem so weit als geklärt ansehen, daß die Entstehung von Trennungsflächen infolge der Zerteilung der Kristalle in Gleitschichten und das Zurückbleiben innerer Spannungen infolge der Verkrümmung der Gleitschichten die einzigen sichergestellten physikalischen Tatsachen sind, die zur Erklärung der Verfestigung herangezogen werden könnten[1]. Zwischen der Rekristallisation und der Verfestigung bestehen zwar zweifellos zahlreiche Zusammenhänge; aber beide gehen ihre eigenen Wege und lassen sich nicht miteinander verknüpfen[2].

Daher muß durchaus betont werden, daß eine befriedigende Deutung der Verfestigung durch die Entstehung von Trennungsflächen oder die Anwesenheit innerer Spannungen vorläufig nicht gelungen ist. Alle Versuche, eine andere Erscheinung aufzufinden, die in ihrer Verformungs- und Temperaturabhängigkeit der Verfestigung gleichläuft, sind bisher vergeblich gewesen.

Danach scheint, daß unsere heutige Vorstellung vom Kristallgitter noch einer wesentlichen Ergänzung bedarf, ehe die Verfestigung, und besonders auch noch der niedrige Gleit- und Trennungswiderstand der Kristalle gedeutet werden können. Die bedeutende Entwicklung der Atommechanik in jüngster Zeit läßt hoffen, daß auf diesem Weg eine Erklärung der bisher ganz rätselhaften Erscheinungen gelingen wird.

Die Ausführung der Versuche lag zum Teil in Händen von Herrn Böhme, dem für die Unterstützung bestens gedankt sei.

[1] G. Masing und M. Polanyi: Ergebn. exakt. Naturwissensch. Bd. 2, S. 177. 1923.

[2] R. Karnop und G. Sachs: Z. Physik Bd. 42, S. 283. 1927.

Innere Spannungen im Röntgenbild.

Von Frhrn. v. Göler und G. Sachs[1].

Nach der Untersuchung von van Arkel[2] lassen sich die in verformten Metallen vorhandenen inneren Spannungen mit Hilfe von Debye-Scherrer-Aufnahmen dadurch nachweisen, daß die Interferenzen höherer Ordnung der (um 0,2% verschiedenen) Wellenlängen $K\alpha_1$ und $K\alpha_2$ (Abb. 1, 20°) soweit verwischt sind, daß sie in eine diffuse Linie zusammenfließen. Dagegen ist das Gitter in geglühtem Material so sauber, daß die $K\alpha$-Strahlung scharf in ihre beiden Komponenten aufgespalten wird (Abb. 1, 1200°), wenn die Auflösung der Kamera groß genug ist (großer Durchmesser, dünner Draht, enger Spalt).

Van Arkel und nach ihm Goucher[3] führen die Verwischung des $K\alpha$-Dubletts auf innere Spannungen zurück, wie sie etwa bei Kupferlegierungen in nachträglichem Aufreißen und in der eigenartigen Erscheinung des Bauschingereffektes zur Auswirkung kommen[4].

K. Becker[1] glaubt dagegen aus einer umfangreichen Untersuchung den Schluß ziehen zu können, daß es sich bei diesem Röntgeneffekt um eine Erscheinung handelt, die der Verfestigung parallel läuft und darum als Erklärung für die Verfestigung herangezogen werden kann.

Da die bisherigen Arbeiten zur Entscheidung dieser Streitfrage nicht ausreichen, wurden einige Versuche an gezogenem Wolframdraht[2] durchgeführt. Es zeigt sich, daß in den Röntgenaufnahmen (Abb. 1) die zunehmende Glühtemperatur die Verwischung allmählich beseitigt, während die Zugfestigkeit nach Abb. 2 bis 640° sogar etwas ansteigt und dann erst langsam — in Übereinstimmung mit den Versuchen von Koref[3] — abfällt. Nach Glühen oberhalb 900° sind die in Abb. 1 wiedergegebenen Interferenzen sämtlich aufgespalten, obwohl die Verfestigung zunächst erst zu einem Bruchteil beseitigt ist. Ähnliches läßt sich aus einer Untersuchung

[1] Original: Z. Metallkunde Bd. 19, S. 410. 1927.

[2] A. E. van Arkel: Physica Bd. 5, S. 208/12. 1925; vgl. Naturwissensch. Bd. 13, S. 662. 1925.

[3] F. S. Goucher: Phil. Mag. (7) Bd. 2, S. 289/309. 1926.

[4] Vgl. G. Masing: Z. techn. Phys. Bd. 6, S. 569/73. 1925.

[1] K. Becker: Z. Physik Bd. 42, S. 226/45. 1927.

[2] Das Material ist freundlicherweise von Osram, G.m.b.H., Berlin, zur Verfügung gestellt worden.

[3] F. Koref: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 213/20. 1925.

Digitized by Google

von Sekito[1] über die Breite der Röntgenlinien bei Kupferdraht schließen. Die bei 1200° geglühte Probe ist nach Abb. 1 rekristallisiert. Die Verwischung der Röntgeninterferenzen durch Kaltverformung hat also nichts mit der Verfestigung zu tun. Da auch Änderungen der Korngröße, die für den Röntgeneffekt verantwortlich gemacht werden könnten[2], bei niedrigen Glühtemperaturen unwahrscheinlich sind, kann der Zusammenhang zwischen Verwischung der Röntgenlinien und inneren Spannungen als sichergestellt gelten.

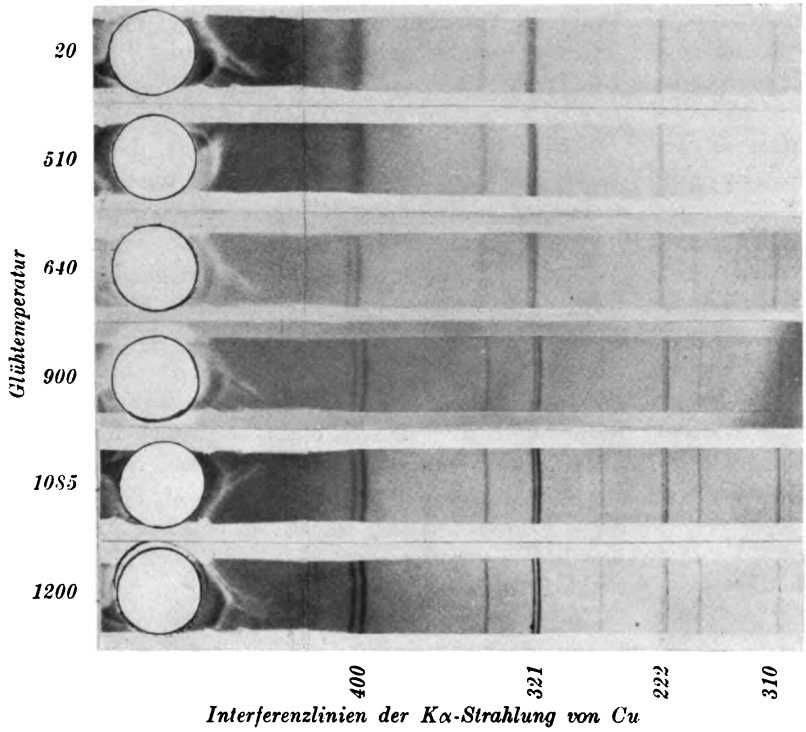


Abb. 1. Verwischung des $K\alpha$-Dubletts in Debye-Scherrer-Aufnahmen von Wolframdraht, der bei verschiedenen Temperaturen geglüht war $^9/_{10}$ nat. Größe.

Die Röntgenaufnahmen wurden mit Kupferstrahlung und einer Kamera von 11,8 cm Dmr. aufgenommen[3]. Der Film war nach dem Vorbild von van Arkel[1] außen angebracht und der Draht von 0,102 mm Dmr. durch zwei Düsen genau in der Achse der Kamera gespannt. Zur Ausblendung diente ein beweglicher Bleispalt, der auf 0,2 mm Breite und 2,5 mm Höhe eingestellt wurde. Der Film war so eingelegt, daß die Interferenzen in der Nähe des Einstichpunktes (des Röntgenstrahles in die Kamera), der nach Abb. 1 kreisförmig ausgeschnitten war, in die Mitte des Filmes zu liegen kamen. Es sind dies die Interferenzen höchster Ordnung, die mit Kupferstrahlung noch aufgenommen werden können. Abb. 1 zeigt diejenigen Interferenzen, die im Bild des höchsgeglühten Drahtes noch aufgespalten sind[2]. Die Aufspaltung beträgt bei der letzten $K\alpha$-Linie — 400 — rd. 1,3 mm. Das Ausglühen wurde in einer Atmosphäre von Stickstoff und Wasserstoff vorgenommen.

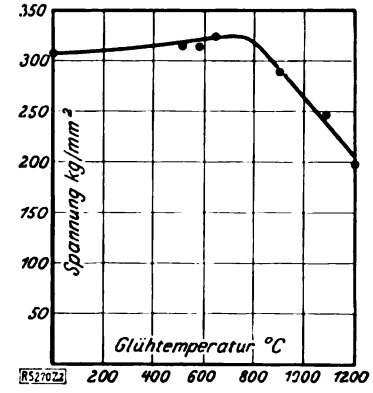


Abb. 2. Zugfestigkeit von gezogenem Wolframdraht (0,1 mm Dmr.) bei verschiedenen Glühtemperaturen.

Herrn P. Möller sind wir für die Mitwirkung bei den Versuchen zu Dank verpflichtet. Besonders zu danken haben wir der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaften, mit deren Unterstützung die Untersuchung durchgeführt ist. [RS 270]

[1] S. Sekito: Science Rep. Tohoku Imp. Univ. Bd. 16, S. 343/55. 1927.

[2] P. Scherrer in Zsigmonda: Kolloidchemie, 3. Aufl., S. 387. Berlin 1920.

[3] Die Röhren wurden mit einer entgegenkommenderweise von R. Seifert & Co., Hamburg, zur Verfügung gestellten Isospektro-Analytanlage betrieben.

[1] A. E. van Arkel: Physica Bd. 6, S. 64/69. 1926.

[2] Einige schwächere Linien, die in Abb. 1 nicht beziffert sind, gehören der $K\beta$-Strahlung von Kupfer an.

Die elektrische Leitfähigkeit von Silberlegierungen.

Von **M. Hansen** und **G. Sachs**[1].

Von einer früheren Untersuchung[2] her lagen eine größere Zahl von Silberlegierungen in Drahtform vor, die unserer gegenwärtigen Kenntnis nach sämtlich Mischkristalle waren. Diese Drähte waren unter großen Schwierigkeiten hergestellt worden[3], und es erschien daher erwünscht, weitere Eigenschaften dieser Legierungen zu bestimmen. Zunächst wurden elektrische Messungen durchgeführt; ferner sind röntgenographische Untersuchungen begonnen worden.

Zur Bestimmung der Leitfähigkeit diente eine Thomsonbrücke von Siemens & Halske. Die Einspannvorrichtung wurde nach Puschin[1] von Mechaniker Ernst Timm, Berlin-Steglitz, hergestellt und befand sich in einem Vaselinöl-Thermostaten mit Rührwerk. Die Drähte sind von 1,8 mm Durchmesser auf 0,70 bis 0,72 mm

[1] Original: Z. Metallkunde Bd. 20, S. 151/152. 1928.

[2] F. Saeftel und G. Sachs: Z. Metallkunde Bd. 17, S. 155/61, 258/64, 294/98. 1927.

[3] F. Saeftel: Diss. Berlin, Techn. Hochschule 1925. — Herrn Dr.-Ing. F. Saeftel und Herrn Prof. Dr. W. Guertler, die uns das Material zur Verfügung gestellt haben, sprechen wir unseren besten Dank aus.

[1] N. Puschin: Z. anorg. Chem. Bd. 82, S. 50. 1913.

Digitized by Google

(Mittel aus 12 Messungen) herabgezogen und größtenteils bei 500° $^1/_2$ St. geglüht worden. Die Meßlänge war stets 60,32 mm, die Temperatur lag um 20° (s. Tabelle 1).

Die Ergebnisse der Messungen sind in Tabelle 1 und Abb. 1 und 3 zusammengestellt. Die Legierungen von Silber mit Mangan sind bisher nicht untersucht; von den übrigen Legierungsreihen liegen verschiedentlich Messungen vor[1], die durch unsere Messungen teilweise ergänzt, teilweise wiederholt werden. Unsere Werte stehen mit den höchsten bisher beobachteten in guter Übereinstimmung, so daß also das verwendete Material als verhältnismäßig rein und gut ausgeglüht angesprochen werden kann.

Tabelle 1. Elektrische Eigenschaften von Silberlegierungen.

Zusatz in Gew.-%	Zusatz in Atom-%	Temperatur °C	Elektr. Leitfähigkeit $k \cdot 10^1$ in $\frac{m}{Ohm \cdot mm^2}$	Elektr. Widerstand $\sigma \cdot 10^{-1}$ in $\frac{Ohm \cdot mm^2}{m}$	Zustand
0,76 Cd	0,73	21,25	52,46	1,91	geglüht[2]
3,97 „	3,82	„	34,48	2,90	„
9,62 „	9,27	„	24,44	4,09	„
11,91 „	11,50	„	22,42	4,46	„
14,43 „	13,94	„	20,84	4,80	„
17,07 „	16,51	„	19,57	5,11	„
23,70 „	22,97	„	17,67	5,66	„
26,92 „	26,12	„	16,87	5,93	„
28,22 „	27,40	„	16,79	5,96	„
14,43 „	13,94	„	19,12	5,23	hartgezogen[3]
1,07 Zn	1,76	20,0	37,82	2,64	geglüht
2,97 „	4,81	20,5	22,05	4,53	„
5,07 „	8,10	„	16,95	5,90	„
8,77 „	13,69	„	12,91	7,74	„
12,47 „	19,03	„	10,80	9,25	„
15,32 „	22,99	„	9,98	10,0	„
18,89 „	27,76	„	9,57	10,4	„
0,90 Mg	3,87	19,75	27,95	3,58	geglüht
1,73 „	7,25	„	20,16	4,96	„
2,40 „	9,84	„	17,65	5,67	„
1,26 Mn	2,45	20,0	20,51	4,88	geglüht
2,38 „	4,57	„	11,14	8,98	„
3,57 „	6,78	„	8,56	11,7	„
8,85 „	16,02	„	3,85	25,9	„
10,87 „	19,32	„	3,53	28,3	„
13,10 „	22,84	„	2,82	35,5	„
16,48 „	27,93	„	2,76	36,3	„
0,51 Sb	0,45	20,0	21,22	4,71	geglüht
1,43 „	1,27	„	9,66	10,4	„
4,02 „	3,58	„	4,23	23,7	„
0,51 „	0,45	„	19,88	5,03	hartgezogen
1,43 „	1,27	„	8,99	11,1	„
4,02 „	3,58	„	3,81	26,2	„
1,43 Al	5,46	20,0	9,19	10,9	geglüht
1,97 „	7,44	„	7,57	13,2	„
10,18 Sn	9,34	20,5	3,05	32,8	geglüht

Es wird vielfach auf die Beziehungen zwischen Härte (oder Festigkeit) und elektrischer Leitfähigkeit hingewiesen. Der Vergleich mit den Härtewerten, Abb. 2, die von Saeftel und Sachs bestimmt worden sind, läßt erkennen, daß die Reihenfolge der Kurven bei der Leitfähigkeit und der Härte etwa die gleiche ist. Eine Ausnahme machen nur die Mg-Ag-Legierungen, die eine große Härte aufweisen, in der Leitfähigkeit aber etwa

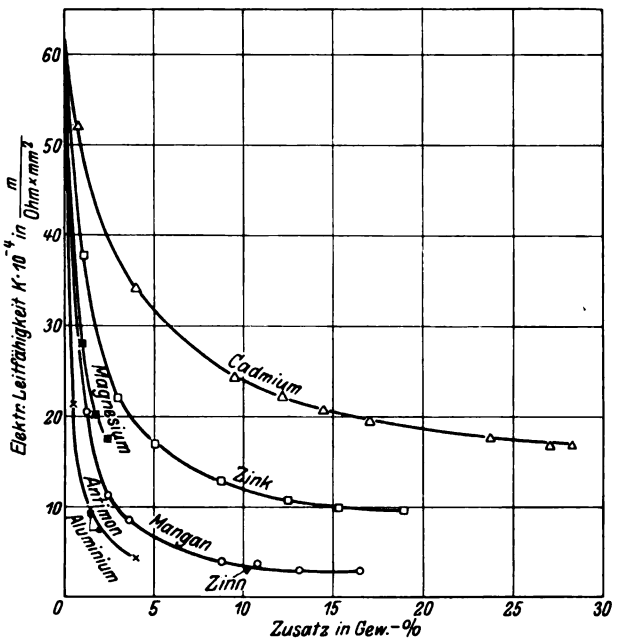


Abb. 1. Elektrische Leitfähigkeit von Silberlegierungen.

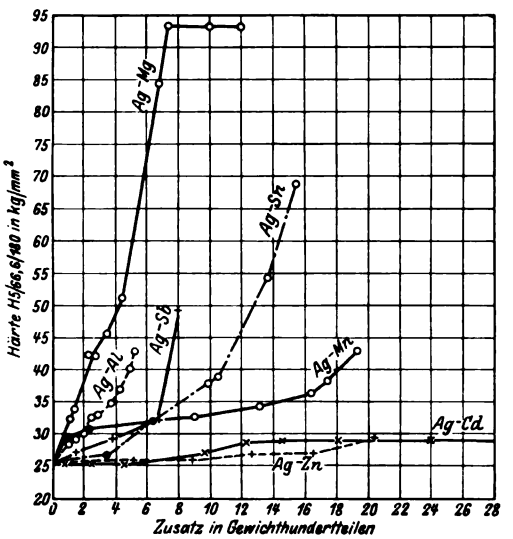


Abb. 2. Kugeldruckhärte von Silberlegierungen.

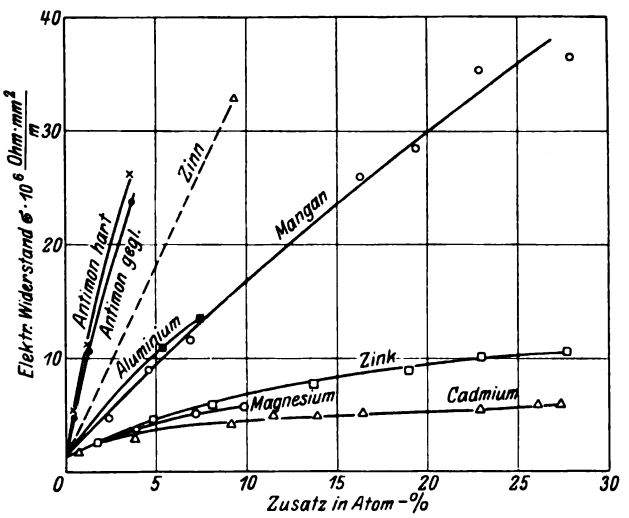


Abb. 3. Erhöhung des elektrischen Widerstandes von Silber durch Zusätze verschiedener Metalle.

[1] Vgl. A. Schulze: Die elektrische und Wärmeleitfähigkeit, Bd. II/6 der Metallographie von Guertler, S. 425, 427, 432, 456 u. 480. Berlin: Borntraeger 1926.

[2] 500°, $^1/_2$ St.

[3] Von 1,6 mm auf 0,7 mm = 88%.

Digitized by Google

in der Mitte der untersuchten Legierungsreihen liegen. Für die übrigen Stoffe geht die Härtung durch einen Zusatz ungefähr parallel der Widerstandserhöhung.

Schließlich sei noch der von Norbury[1] erwähnte Zusammenhang zwischen der Stellung der Elemente im periodischen System und ihrem Einfluß auf die elektrische Leitfähigkeit geprüft. In Abb. 3 sind die Widerstandswerte über der Zusammensetzung in Atomprozent aufgetragen. Entnimmt man Abb. 2 die Wirkung eines Zusatzes von 1 Atom-% der verschiedenen Stoffe, so zeigt sich entsprechend Tabelle 2 in Übereinstimmung mit Norbury, daß die Erniedrigung der elektrischen Leitfähigkeit um so größer ist, je weiter im periodischen System die Spalte, der das betreffende Zusatzelement angehört, von der Spalte Cu, Ag, Au entfernt ist. Bekanntlich stimmen die Elemente einer Spalte in der Anordnung ihrer äußeren Elektronen (Valenz-Elektronen) überein; und der Bau der äußeren Elektronenschale ist um so verschiedener, je weiter die Spalten im periodischen System voneinander entfernt sind. Danach ist es also in erster Linie der Bau der äußeren Elektronenschalen, der die Veränderung der elektrischen Leitfähigkeit und vielleicht auch der mechanischen Eigenschaften bestimmt.

[1] A. L. Norbury: Trans. Faraday Soc. Bd. 17, S. 251. 1921; Bd. 19, S. 586/600. 1924; J. Inst. Met. Bd. 33, S. 91/195. 1925 I; vgl. Z. Metallkunde Bd. 17, S. 173. 1925.

Tabelle 2. Widerstandserhöhung von Silber durch ein Atom-% verschiedener Stoffe.

Stoff	Atomgewicht	Spalte im periodischen System	Widerstandserhöhung
Ag	107,88	1	—
Cd	112,4	2	0,37
Mg	24,3	2	0,46
Zn	65,4	2	0,48
Mn	54,9	7	1,5
Al	27,1	3	1,8
Sn	118,7	4	(3,3)
Sb	120,2	5	7,0

Vergleicht man ferner die Wirkung von Magnesium Zink und Kadmium, die in der gleichen Spalte im periodischen System stehen, auf Silber, so sieht man, daß das dem Silber in der Ordnungszahl benachbarte Kadmium eine geringere Wirkung als Zink und Magnesium hat. Anderseits ist nach Norbury der Einfluß auf Kupfer beim Zink, das dem Kupfer benachbart ist, etwa ebenso groß wie beim Kadmium. Danach scheint es, als ob in zweiter Linie auch die Ordnungszahl der Elemente von Bedeutung ist für die elektrische Leitfähigkeit von Legierungen.

Zur Analyse der Stellite, Akrite und ähnlich zusammengesetzter Legierungen.

Von **E. Deiß**[1].

Für die Bearbeitung des Stahles und Eisens haben sich in den letzten Jahren die durch ihre hohen Leistungen bekanntgewordenen „Hartschneidlegierungen" mehr und mehr eingeführt[2]. Sie enthalten hauptsächlich Kobalt, Nickel, Chrom, Wolfram, Molybdän, Vanadin, aber nur verhältnismäßig wenig Eisen, sind also wesentlich verschieden von den ähnlichen Zwecken dienenden Schnelldrehstählen. Für die Untersuchung der Schnelldrehstähle, auch der hochlegierten, sind in den verschiedenen Untersuchungslaboratorien Verfahren in Anwendung, die sich jedoch nur bis zu einem gewissen Grade auch für die Analyse der Hartschneidlegierungen verwerten lassen. Dies hat seinen Hauptgrund in der meist unvollkommenen Löslichkeit der Legierungen beim Erhitzen mit Salzsäure.

Die nachstehend beschriebenen Verfahren haben sich besonders zur Ermittlung der gesamten Bestandteile bewährt; dazu ist nur eine geringe Menge Probematerial (etwa 5 bis 10 g) erforderlich.

Für die Bestimmung der einzelnen Bestandteile für sich lassen sich kürzere Verfahren anwenden, auf die aber hier nicht näher eingegangen ist. Über die dazu einzuschlagenden Wege hat der Chemikerfachausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute in dem Bericht Nr. 51[3] (erstattet von E. Schiffer) eine sehr eingehende Arbeit veröffentlicht. Andere Verfahren sind von Cremer und Fetkenheuer[1] ausgearbeitet worden. Das von Wenger und Rogovine[2] zur Trennung von Eisen, Nickel, Mangan, Wolfram, Silizium angegebene Verfahren ist auf Hartschneidmetalle nicht anwendbar. Auf Grund des Verhaltens der feingepulverten Legierungen gegen konzentrierte Salzsäure sind zwei verschiedene Verfahren ausgearbeitet worden.

Das Verfahren I eignet sich für Proben, die sich beim Erhitzen mit Salzsäure in kurzer Zeit (2 bis 3 St.) zersetzen lassen. Verfahren II für solche, die von Salzsäure nicht oder nur schwierig angegriffen werden.

Verfahren I (für zersetzbare Legierungen).

Unter den „zersetzbaren Legierungen" sind im vorliegenden Fall solche Proben zu verstehen, die in Form feinsten Pulvers — die Legierungen besitzen neben ihrer Härte eine gewisse Sprödigkeit und lassen sich in einem Mörser aus hochprozentigem Wolframstahl pulvern — durch heiße konzentrierte Salzsäure bei anhaltendem Erhitzen so weit zersetzt werden, daß nach der Zersetzung nur grauschwarzes Wolframpulver, aber kein ursprüngliches Metallpulver mehr vorhanden ist.

Als eine derartige, durch Salzsäure zersetzbare Legierung erwies sich eine Akritprobe, bezeichnet I (vgl. die Analysen am Schluß der Arbeit). Die Analyse wurde in folgender Weise durchgeführt: Ein Gramm der aufs feinste gepulverten Probe wurde mit 25 ccm starker Salzsäure in einem 250 ccm fassenden Becherglas auf dem Asbestdrahtnetz längere Zeit erwärmt. Das Metall

[1] Original: Metall Erz Bd. 24 (N. F. 15), S. 537. 1927.

[2] Vgl. z. B. E. H. Schulz: Stahleisen Bd. 45, S. 945. 1925.

[3] Zu beziehen vom Verlag Stahleisen m. b. H., Düsseldorf, Breitestraße 27.

[1] Wiss. Veröff. Siemens-Konz. Bd. 5, H. 3, S. 199. 1927.

[2] Helvet. Chim. Acta Bd. 10, S. 242.

Digitized by Google

löste sich allmählich unter Wasserstoffentwicklung und Abscheidung eines feinen, amorph erscheinenden, grauschwarzen Metallpulvers, während die Lösung dunkelgrüne Farbe annahm. Als nach etwa einer Stunde die Einwirkung der Säure nachgelassen hatte, wurde die trübe Lösung in ein frisches Becherglas von 250 ccm Inhalt abgegossen und das zurückbleibende Metallpulver mit frischer Säure behandelt, solange noch Wasserstoffentwicklung und Grünfärbung der Säure eintrat.

Bei der genannten Probe war das Metallpulver nach wiederholter Salzsäurebehandlung verschwunden, die ganze Probe war zersetzt, d. h. in eine salzsaure Lösung übergeführt, die durch fein verteiltes unlösliches Wolfram getrübt war und sich zur weiteren Untersuchung gut eignete[1].

Wolframbestimmung. Die Lösung samt Niederschlag wurde zum Kochen erhitzt, durch Zugabe von 10 ccm konzentrierter Salpetersäure (1,40) oxydiert und eine Zeitlang weiter gekocht; dann wurde heißes Wasser zugesetzt und noch etwa 20 Min. im Sieden erhalten, wodurch das Wolfram in rein gelbe Wolframsäure überging. Die Wolframsäure wird nach Klärung und Abkühlung der Lösung abfiltriert und gründlich mit verdünnter Salzsäure ausgewaschen.

Man erhält bei dieser Arbeitsweise die Wolframsäure in ziemlich reinem Zustand, fast immer frei von Kieselsäure und Vanadin; sie enthält meist nur noch geringe Mengen Chrom, Eisen, Nickel, Kobalt, ist hingegen nicht molybdänfrei. Immerhin ist es bei der Reinheitsprüfung erforderlich, auf die Abwesenheit von Kieselsäure und Vanadin zu prüfen; die übrigen Verunreinigungen müssen sowieso ermittelt bzw. entfernt werden, damit sie mit der Hauptmenge jener Stoffe zusammen bestimmt werden können.

Das Filtrat von der Wolframsäure wird auf dem Wasserbad mehrmals mit Salzsäure zur Trockene verdampft, um Reste von Wolframsäure, sowie die Kieselsäure aus der Lösung abzuscheiden, die dann abfiltriert und der Hauptmenge Wolframsäure zugefügt werden. Die Wolframsäure- und Kieselsäureabscheidung wird vorsichtig in Platintiegel verascht und ergibt die Menge der rohen Wolframsäure, in welcher jetzt die verschiedenen vorhandenen Verunreinigungen ermittelt werden müssen.

Nachdem das Gewicht der rohen Wolframsäure (im Platintiegel) bestimmt ist, gibt man etwa 1 ccm Flußsäure und ebensoviel verdünnte Schwefelsäure hinzu, dampft zur Trockne und raucht die Schwefelsäure entweder im Doppeltiegel oder auf dem Finkenerturm fort. Der Rückstand wird gewogen; die Gewichtsabnahme ist als Kieselsäure anzusprechen und ergibt nach der Umrechnung den Siliziumgehalt der Legierung.

Da beim Abscheiden der Kieselsäure aus der salzsauren Lösung ein höheres Erhitzen über Wasserbadtemperatur hinaus vermieden werden muß, weil sonst leicht flüchtige Chloride (von Vanadin, Molybdän) verlorengehen können, so kann es vorkommen, daß die Kieselsäure nicht vollständig abgeschieden wird und der zurückgebliebene Rest bei der nachfolgenden Fällung von Molybdän mit dem Molybdänsulfid zusammen ausfällt. Daher muß letzteres auf Kieselsäure geprüft und die sich ergebende Menge der zuerst gefundenen zugerechnet werden.

Zur weiteren Reinigung der rohen Wolframsäure schließt man diese durch Schmelzen mit Natriumkaliumkarbonat auf. Die Schmelze wird mit Wasser gelöst, der Tiegel mit heißem Wasser gut ausgespült und die Lösung der Schmelze filtriert. Auf dem Filter verbleiben kleine Mengen von Oxyden (von Eisen, Nickel, Kobalt); diese werden mit dem Filter in dem nicht mit Säure gereinigten Platintiegel, der soeben zum Aufschließen diente, verascht und gewogen. Das Gewicht dieser Oxyde ist von der Menge der rohen Wolframsäure in Abrechnung zu bringen. Die Oxyde werden zur Weiterverwendung verwahrt. Die filtrierte Lösung des Wolframsäureaufschlusses wird in einem Meßkolben auf 250 ccm verdünnt; 100 ccm der Lösung werden mit Salzsäure angesäuert und nach Zugabe von $^1/_2$ g Jodkalium mit $^1/_{10}$-n-Thiosulfatlösung bis zum Verschwinden der durch geringe Mengen Chromat verursachten Gelbfärbung titriert. Der Thiosulfatverbrauch für die Gesamtmenge Lösung wird auf Chromoxyd berechnet und dessen Menge ebenfalls von dem Gewicht der rohen Wolframsäure abgezogen. Weitere 100 ccm der Wolframatlösung werden zur Bestimmung vorhandenen Molybdäns benutzt. Man säuert im Becherglas mit Phosphorsäure an, setzt dann Ammoniak im Überschuß hinzu und sättigt die Lösung mit Schwefelwasserstoff. Aus der so behandelten Lösung fällt man vorhandene Reste von Molybdän durch leichtes Ansäuern mit Salzsäure. Man sorgt durch kräftiges Rühren der schwach sauren Lösung, daß die vorhandene Molybdänsulfidabscheidung sich zusammenballt; sie wird dann abfiltriert, vorsichtig verascht und gewogen. Auch die Menge dieses Niederschlages wird auf die gesamte Lösung berechnet und von der verbliebenen Menge roher Wolframsäure in Abzug gebracht. Die Menge der reinen Wolframsäure ergibt sich aus der rohen Wolframsäure nach Abzug der gefundenen Mengen Kieselsäure, Oxyde, Chromoxyd, Molybdänsäure. Diese Reinigung der Wolframsäure ist zur Erlangung zuverlässiger Wolframwerte unerläßlich.

Das Filtrat von der Molybdänsulfidabscheidung wird mit etwas Schwefelsäure eingedampft, um den Schwefelwasserstoff zu zerstören; zur Prüfung auf Vanadin verdünnt man den Rückstand mit etwas Wasser und versetzt mit etwas Wasserstoffsuperoxyd. Sollten geringe Vanadinmengen zugegen sein, so bestimmt man diese am besten kolorimetrisch mit Hilfe einer Vergleichslösung bekannten Gehalts.

Molybdänbestimmung. Die Hauptmenge des Molybdäns befindet sich in dem Filtrat von der Wolfram-

[1] Auch Akritproben anderer Zusammensetzung konnten ohne besondere Schwierigkeit nach dem beschriebenen Verfahren in Lösung gebracht werden. Bei einer Probe blieb nach zwei- bis dreistündiger Behandlung mit Salzsäure in der Wärme ein merklicher Rückstand. Die Lösung wurde vom Ungelösten abgegossen, der Rückstand erneut mit Salzsäure unter Zusatz von etwas Wasserstoffsuperoxyd erhitzt. Der Rückstand ging nach kurzer Zeit in Lösung; die Lösung wurde mit der Hauptmenge vereinigt. Das weiter unten beschriebene Verfahren II wurde erst dann verwendet, wenn nach etwa dreistündiger Behandlung mit Salzsäure (und etwas H_2O_2) noch unangegriffenes Metall vorhanden war.

Digitized by Google

säure- und Kieselsäureabscheidung. Diese Lösung wird zur Entfernung überschüssiger Säure eingedampft, mit Wasser aufgenommen und durch Einleiten von Schwefelwasserstoff das Molybdän als Sulfid gefällt. Gleichzeitig mit dem Molybdän fällt vorhandenes Kupfer mit, auf das bei der Reinigung des Molybdänniederschlages Rücksicht genommen werden muß. Der Sulfidniederschlag wird abfiltriert, mit schwach salzsaurem Wasser ausgewaschen und dann vorsichtig im Porzellantiegel, der in einen größeren Porzellantiegel (wie bei der Bestimmung des Mangans als Sulfat) eingehängt ist, verascht und gewogen. Da die Molybdänsäure, wie dies gewöhnlich der Fall zu sein pflegt, nicht als reine, weiße Kristallmasse erhalten wird, sondern als mehr oder weniger verunreinigter Rückstand, so bedarf dieser einer Reinigung, wobei auf Kieselsäure, Kupferoxyd und Eisenoxyd (bzw. Nickel- oder Kobaltoxyd) Rücksicht zu nehmen ist.

Man behandelt die unreine Molybdänsäure im Tiegel mit Salzsäure in der Wärme, wobei Eisen, Molybdän und Kupfer in Lösung gehen; vom ungelöst bleibenden Teil filtriert man ab, wäscht gut aus und verascht im gewogenen Platintiegel. Die weiße Asche wird mit Flußsäure-Schwefelsäure abgeraucht und aus dem Gewichtsverlust der etwaige Rest Kieselsäure festgestellt, der mit der Kieselsäure aus der Wolframsäureabscheidung zusammen zur Berechnung des vorhandenen Gesamtsiliziums dient.

Aus der salzsauren Lösung der unreinen Molybdänsäure werden in folgender Weise Kupfer und Molybdän nacheinander gefällt: Die Lösung wird mit Ammoniak abgestumpft, schwach ammoniakalisch gemacht und das Kupfer durch tropfenweisen Zusatz einer etwa 2proz. Lösung von Natriumsulfid ausgefällt; man hört mit dem Zusatz von Natriumsulfid auf, sobald ein einfallender Tropfen in der Lösung keine braunen Schlieren mehr erzeugt. Durch Umrühren und Erwärmen bringt man das Kupfersulfid zum Zusammenballen. Das Kupfersulfid wird abfiltriert, mit stark verdünnter (farbloser) Ammoniumsulfidlösung ausgewaschen, verascht und gewogen. Das ammoniakalische Filtrat wird mit Schwefelwasserstoff gesättigt und durch Zusatz von Salzsäure in geringem Überschuß das Molybdän als Sulfid zur Ausscheidung gebracht. Das dabei erhaltene Filtrat vom Molybdänsulfid, das noch geringe Mengen von Eisen enthalten kann, wird eingedampft, mit Salpetersäure oxydiert, mit Salzsäure aufgenommen und daraus durch Ammoniak das Eisen gefällt, der Niederschlag verascht und mit dem Hauptfiltrat von der Molybdänfällung weiter verarbeitet. Das Molybdänsulfid wird unter den bekannten Vorsichtsmaßnahmen verascht und als MoO_3 gewogen[1].

Aufschluß. Das Filtrat von der Molybdänfällung, in dem die übrigen Metalle Chrom, Nickel, Kobalt, Vanadin, Eisen, Mangan usw. enthalten sind, wird folgendermaßen weiter behandelt: Es wird zusammen mit den vorher aus der rohen Wolframsäure und aus dem Molybdänniederschlag ausgeschiedenen Oxyden (bzw. deren Lösung in Salzsäure) in einer Platinschale unter Zusatz von etwas verdünnter Schwefelsäure eingedampft, die Schwefelsäure zum Schluß durch Erhitzen auf dem Finkenerturm und schließlich über freier Flamme vollständig verjagt. Die Oxyde läßt man erkalten, befeuchtet sie sodann mit wenig Wasser, gibt ein Stückchen (etwa 5 g) Ätznatron hinzu und bringt dieses durch vorsichtiges Erwärmen in Lösung; die Lösung wird rasch eingedampft, über freier Flamme geschwenkt, bis das Ganze wasserfrei geworden und geschmolzen ist und nach Zugabe einer Messerspitze voll Natriumsuperoxyd nochmals durchgeschmolzen. Die erkaltete Schmelze wird mit Wasser gelöst und das Ganze in ein Becherglas (von 250 ccm) gespült, in dem sich der Niederschlag in kurzer Zeit klar absetzt.

In Lösung befinden sich jetzt Chrom, Vanadin, Aluminium, während Nickel, Kobalt, Eisen, Mangan den Niederschlag bilden.

Chrom und Vanadin. Zur Bestimmung von Chrom und Vanadin wird ein aliquoter Teil des alkalischen Filtrats der Schmelze mit Salzsäure angesäuert, mit schwefliger Säure reduziert und der Überschuß an schwefliger Säure weggekocht. Nach Zugabe von wenig Mangansulfatlösung werden beide, Chrom und Vanadin, durch Ammoniak ausgefällt; der Niederschlag wird abfiltriert und im Nickeltiegel verascht. Der Rückstand wird danach mit Natriumkaliumkarbonat gemischt und ein durchbohrter Deckel mit Roseschem Einleitrohr aufgesetzt; der Inhalt des Tiegels wird unter Einleiten von Leuchtgas während einer halben Stunde im Schmelzfluß gehalten und danach im Leuchtgasstrom erkalten gelassen. Unter diesen Arbeitsbedingungen wird sämtliches Chrom in Oxyd übergeführt, während alles Vanadin in Vanadat übergeht, so daß sich beide Elemente quantitativ und mit großer Zuverlässigkeit voneinander trennen lassen. Nähere Angaben über dieses Trennungsverfahren finden sich in den Mitteilungen des Staatlichen Materialprüfungsamtes[1].

Aluminium. In einem weiteren aliquoten Teil der Chrom-Vanadinlösung wird auf das Vorhandensein von Aluminium geprüft. Die Lösung wird mit Schwefelsäure angesäuert, Ammoniumchlorid zugefügt und mit Ammoniak schwach ammoniakalisch gemacht. Beim Erhitzen der Lösung ausfallender Niederschlag wird abfiltriert, mit Salzsäure vom Filter gelöst und nochmals mit wenig Ammoniak gefällt. Durch Veraschen erhält man Tonerde; sollte diese noch durch Chrom gefärbt sein, so empfiehlt sich, nochmals den Tonerdeniederschlag im Eisentiegel mit Natriumsuperoxyd aufzuschließen, das Chrom zu titrieren und als Oxyd vom Gewicht des unreinen Tonerdeniederschlages in Abzug zu bringen.

Eisen, Nickel, Kobalt und Mangan lassen sich in zuverlässiger Weise wie folgt trennen und bestimmen: Der Niederschlag aus der alkalischen Schmelze wird mit starker Salzsäure vom Filter gelöst und die Lösung zur Verjagung überschüssiger Säure zur Trockne gebracht. Der Trockenrückstand wird mit Wasser aufgenommen, etwas Ammoniumazetat und wenige Tropfen verdünnter Essigsäure zugegeben und die Lösung kurz aufgekocht. Das dadurch ausgeflockte Eisenhydroxyd

[1] Über die Versuche, die zu diesem Trennungsverfahren von Kupfer und Molybdän geführt haben, wird noch eingehender an anderer Stelle berichtet werden.

[1] Mitt. Materialpr.-Amt Bd. 41, S. 64. 1923.

Digitized by Google

wird abfiltriert, ausgewaschen, in ein frisches Becherglas hineingelöst und nochmals gefällt. Das Eisenhydroxyd ist jetzt in der Regel rein; es wird entweder im Porzellantiegel verascht und als Oxyd gewogen (wenn es sich nur um kleine Mengen handelt); bei größeren Mengen empfiehlt sich Lösen des Eisenhydroxyds mit Salzsäure und titrimetrische Bestimmung nach einem der bekannten Verfahren (jodometrisch oder mit Permanganat).

Nickel und Kobalt. Die schwach essigsauren Filtrate vom Eisenhydroxyd werden etwas eingeengt; man fügt der Lösung noch etwas festes Ammoniumazetat hinzu und fällt Nickel und Kobalt aus der erwärmten Lösung durch Einleiten von Schwefelwasserstoff aus. Die Sulfide werden abfiltriert, Filtrat und Waschwässer nochmals mit Schwefelwasserstoff geprüft. (Das Filtrat von den Sulfiden dient zur Manganbestimmung.) Die Sulfide werden im Porzellantiegel verascht, mit Salzsäure und etwas Salpetersäure im bedeckten Tiegel in Lösung gebracht und nunmehr das Nickel aus der neutralisierten und wieder mit Essigsäure schwach angesäuerten Lösung mit einem reichlichen Überschuß an Dimethylglyoximlösung gefällt. Die Nickelfällung wird durch einen gewogenen Porzellanfiltertiegel abfiltriert und als Dimethylglyoximnickel zur Wägung gebracht. Das Filtrat wird auf Reste Nickel geprüft und sobald es nickelfrei ist, in einer Porzellanschale eingedampft; der Abdampfrückstand wird zur Zerstörung des Dimethylglyoxims mit konzentrierter Salpetersäure zur Trockne gebracht. Nach Verdünnen mit Wasser wird das Kobalt als Sulfid aus schwach essigsaurer Lösung gefällt; der Niederschlag wird abfiltriert, im gewogenen Porzellantiegel mit Salzsäure und Salpetersäure abgeraucht. Das Kobalt wird schließlich als Sulfat gewogen.

Das Mangan aus den gesammelten Filtraten der Kobalt- und Nickelfällung wird mit Brom und Ammoniak abgeschieden. Der abfiltrierte Niederschlag wird im gewogenen Porzellantiegel verascht, die Manganoxyde werden mit Salzsäure in Lösung gebracht und das Mangan nach Abrauchen der Lösung mit Schwefelsäure in bekannter Weise in das Sulfat übergeführt.

Kohlenstoff. Die Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes der fein gepulverten Legierungen durch Verbrennen mit Sauerstoff im elektrisch geheizten Ofen und Wägung des entstandenen Kohlendioxyds ergibt in jedem Falle brauchbare Werte, gleichgültig, ob die Verbrennung mit oder ohne Zuschlag vorgenommen wird. Während der Verbrennung muß die Temperatur etwa 20 Minuten lang auf 1200° gehalten werden.

Verfahren II.

Eine andere Probe (Akrit II) ergab aber beim Versuch, die Einwage mit Salzsäure zu zersetzen, einen erheblichen Rückstand von ungelöstem Metallpulver, so daß ein anderer Weg zur Untersuchung dieses Metalls eingeschlagen werden mußte.

Am nächstliegenden ist es, mehrere Proben von 1 g in Eisen- und Nickeltiegeln mit Natriumsuperoxyd und Natriumkarbonat zu schmelzen und nach Auslaugen des Aufschlusses den abfiltrierten Rückstand nochmals in der gleichen Weise im gleichen Tiegel aufzuschließen, um sicher zu gehen, daß alles Material aufgeschlossen ist. Man erhält dabei:

die vereinigten, alkalischen Filtrate von jeder Einwage zur Bestimmung von Si, Cr, W, V, Mo (Cu) und Al,

und auf dem Filter bleibende Rückstände, von denen die im Eisentiegel aufgeschlossenen zur Bestimmung von Nickel und Kobalt und die aus dem Nickeltiegelaufschluß kommenden zur Bestimmung von Eisen und Mangan benutzbar sind.

Die Trennung und Bestimmung der Metalle Fe, Mn, Ni, Co und Cu im Rückstand kann in der gleichen Weise geschehen wie beim Verfahren I. Für die Trennung und Bestimmung der im alkalischen Filtrat vorhandenen Metallsäuren und Metalle muß aber wegen der Anwesenheit von Wolfram ein anderes Verfahren verwendet werden, als bei I angegeben.

Bestimmung des Wolframs. Die Abscheidung der Wolframsäure wird am besten so durchgeführt, daß das alkalische Filtrat in starke, heiße Salzsäure (1,12) eingetragen wird, die in einem geräumigen Becherglas (von 800 ccm) zum Kochen erhitzt wird (nicht umgekehrt). Die Wolframsäure scheidet sich als gelber Niederschlag aus. Danach verdünnt man die Lösung und hält sie bei aufgedecktem Uhrglas etwa 20 Min. am Kochen. Nach dem Abkühlen und Absitzen der Wolframsäure wird filtriert. Die Wolframsäure enthält kaum nennenswerte Mengen Kieselsäure, Chrom oder Vanadin, jedoch leicht etwas Molybdän. Im Filtrat sind meist noch kleine Mengen Wolframsäure, die beim Eindampfen und Eintrocknen der Lösung bei etwa 120° zusammen mit der Kieselsäure abgeschieden werden. Nötigenfalls wird das Filtrat in gleicher Weise nochmals auf Wolframsäure geprüft.

Man verascht die Hauptmenge der Wolframsäure im Platintiegel, fügt den Rest Wolframsäure mit der Kieselsäure hinzu und verascht sie ebenfalls; dann wird mit Flußsäure-Schwefelsäure abgeraucht und aus der Gewichtsabnahme die Menge der Kieselsäure ermittelt. Der Wolframsäurerückstand wird weiter auf seine Verunreinigungen untersucht, wie bei Verfahren I angegeben.

Die Bestimmung der übrigen Bestandteile kann nunmehr in der gleichen Weise weitergeführt werden, wie bereits beim Verfahren I beschrieben ist.

Analysenergebnisse.

	Probe I untersucht nach Verfahren I %	Probe II untersucht nach Verfahren II %
Kohlenstoff	0,91	3,38
Silizium	0,93	0,90
Wolfram	8,71	15,10
Chrom	26,45	28,07
Eisen	11,02	2,20
Nickel	18,54	9,10
Kobalt	19,84	37,87
Vanadin	9,04	0,15
Molybdän	4,39	2,99
Kupfer	0,11	0,14
Mangan	0,12	0,12
Aluminium	fehlt	0,30

Bei der Durchführung der Analysen und der Ausarbeitung der Teilverfahren hat Herr Noack wertvolle Dienste geleistet.

Digitized by Google

Die Bestimmung von Lithium in Scleronmetall und ähnlichen Aluminiumlegierungen.

Von **E. Schürmann** und **W. Böhm**[1].

Neben dem Duralumin gehört heute zu den bekanntesten der veredlungsfähigen Legierungen das Skleronmetall, eine Metallegierung, die außer den für die Herstellung von Aluminiumlegierungen bereits bekannten und in verschiedenen Kombinationen benutzten Bestandteilen, wie Kupfer, Zink, Nickel, Mangan, Silizium, auch das seltenere Alkalimetall Lithium enthält. Die Summe der jeweils zugesetzten Komponenten beträgt mindestens 5%, höchstens 15%, so daß der Aluminiumgehalt in keinem Falle weniger als 85% ausmacht. Der Gehalt an Lithium ist schwankend, jedenfalls sehr gering; er beträgt im allgemeinen weniger als 0,1%.

In solchen Legierungen gestaltet sich die genaue Ermittelung des Gehaltes an Lithium insofern recht zeitraubend, weil mit Rücksicht auf den geringen Lithiumgehalt nicht nur größere Einwaagen in Arbeit genommen werden müssen, sondern auch vorwiegend deshalb, als bei der aufeinanderfolgenden Abscheidung der einzelnen Legierungsbestandteile immer dann diese Niederschläge lithiumhaltig ausfallen, sobald in ammoniakalischer Lösung gearbeitet wird. Die Verwendung fixer Alkalien verbietet sich im vorliegenden Falle für die Abtrennung der Stoffe von selbst.

In einer früheren Arbeit[2] ist nun gezeigt worden, wie es möglich ist, z. B. im Reinaluminium mit geringem Gehalt an Natrium bzw. Lithium die Alkalien einwandfrei von größeren Aluminiummengen abzutrennen und zu bestimmen. Diese Arbeitsweise ist auch für die Untersuchung von Skleronmetall auf den Gehalt an Lithium geeignet; gelingt es doch so, selbst mit größeren Einwaagen das Aluminium aus seiner Auflösung vollkommen frei von Lithium herauszuschaffen.

Grundlagen des Verfahrens I. Bekanntlich beruht diese Abscheidung auf der Ausfällung als Aluminiumchlorid aus einer salzsauren Lösung durch Einleiten von Salzsäuregas. Umständlicher ist die Entfernung der anderen Bestandteile, wie Zink, Eisen, Mangan, während Kupfer und Silizium in dieser Hinsicht keine Schwierigkeiten bereiten. Angesichts der kleinen Lithiumgehalte sind für deren zuverlässige Bestimmung mindestens 20 g als Einwaage zu verwenden. Da das Skleronmetall etwa 13% Zink enthält, so würden bei 20 g Einwaage 2,6 g Zink, als Metall berechnet, auszufällen sein. Der gewöhnliche Weg, das Zink mit Schwefelwasserstoff niederzuschlagen, ist wegen der schleimigen Beschaffenheit und schlechten Filtrierbarkeit des Schwefelzinks nicht gangbar, abgesehen davon, daß dieser erhebliche Niederschlag nicht quantitativ auszuwaschen ist. Auch die elektrolytische Abscheidung ist nicht zweckmäßig, weil für diesen Prozeß erhebliche Salzmengen dem Elektrolyten hinzugesetzt werden müssen, deren Entfernung später Schwierigkeiten bereiten würde. Nun gibt aber Zinksalz in schwachsaurer Lösung mit Oxalsäure einen körnigen, leicht filtrierbaren Niederschlag, der allerdings nicht das gesamte Zink enthält. Bei der Gegenwart von Lithium ist das gefällte Zinkoxalat und das hierbei ebenfalls mitausfallende Kupferoxalat, obwohl in schwachsaurer Lösung gearbeitet wird, merkwürdigerweise stets lithiumhaltig. Da das in dem Niederschlag enthaltene Lithium sich nicht durch Digerieren mit verdünnter Salzsäure ausziehen läßt, so bleibt nichts anderes übrig, als die Fällung zu wiederholen. Zu diesem Zwecke wird das Filter samt dem Niederschlag in einem geräumigen Rundkolben durch Kochen mit Schwefelsäure und Salpetersäure zerstört und die erhaltene schwefelsaure Lösung zunächst zur Entfernung des Kupfers elektrolysiert. Der Elektrolyt wird sodann eingedampft, die überschüssige Schwefelsäure durch Erhitzen verjagt, der Rückstand mit Wasser aufgenommen und aus der Lösung Zink in gleicher Weise wie vorher mit Oxalsäure gefällt. Der jetzt erhaltene Zinkniederschlag ist frei von Lithium. Aus den Filtraten der Oxalsäurefällung werden nach Zerstörung der Oxalsäure wie vorher die letzten Reste des Zinks aus essigsaurer oder ameisensaurer Lösung durch Einleiten von Schwefelwasserstoff abgeschieden. In diesem Schwefelzink ist durch die Spektralanalyse kein Lithium nachzuweisen. Aus dem Filtrate der Zinkfällung sind noch herauszuschaffen kleine Mengen von Aluminium, ferner Eisen und Mangan. Die Ausfällung dieser Stoffe auf einmal mittels Ammoniak und Wasserstoffsuperoxyd führt nicht zum Ziele, auch nicht durch wiederholte Umfällung, da der bei der Verarbeitung von 20 g Skleron entstehende große Niederschlag stets Lithium enthält. Dagegen lassen sich Aluminium und Eisen lithiumfrei nach dem Wiederauflösen des Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd-Niederschlages in Salzsäure durch die Azetatmethode abtrennen und das Mangan in der Hauptmenge im Filtrat hiervon mittels der Elektrolyse aus essigsaurer Lösung. Nach Beendigung der Elektrolyse wird der Elektrolyt mit dem Filtrat der Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd-Fällung vereinigt, die Lösung eingedampft und die Ammonsalze vorsichtig verjagt. Der Rückstand enthält das gesamte Lithium und immerhin noch geringe Anteile von Aluminium, Mangan und, da Aluminium häufig Kalzium enthält, auch dieses Metall. Diese letzten Anteile fällt man gemeinsam durch Ammoniak, Wasserstoffsuperoxyd und Hinzufügen von etwas Ammoniumoxalat zur Entfernung des Kalziums aus. Ergibt die Prüfung dieses jetzt nur geringfügigen Niederschlages nach dem Lösen in Salzsäure noch die Lithiumreaktion, so ist die Fällung zu wiederholen. Diese kleinen Niederschläge lassen sich auf diese Weise frei von Lithium erhalten. Die Filtrate beider Fällungen werden eingedampft, die Ammonsalze wiederum durch vorsichtiges Erhitzen ausgetrieben und der Rückstand schließlich geglüht. Er enthält das Lithium und stets etwas Natrium in Form der Sulfate. Das Natrium stammt wohl z. T. aus dem Aluminium, welches selten frei von Natrium ist, z. T. wird es im Laufe der Analyse durch die zur Verwendung gelangenden Reagentien hineingearbeitet worden sein. Die Trennung der Alkalien erfolgt nach der Überführung der

[1] Original: Chem.-Zg. Bd. 51, S. 677. 1927.

[2] Chem.-Zg. 1924, S. 97/98.

Digitized by Google

Sulfate in Chloride gemäß dem bekannten Verfahren von Gooch. Nähere Einzelheiten der Methode sind in dem nun folgenden genauen Analysengang auseinandergesetzt.

Verfahren I. Zur Prüfung des Verfahrens (Verfahren I) wurden Lösungen mit bestimmtem Gehalt von den hier in Frage kommenden Metallen hergestellt und jeweils so viel Anteile den einzelnen Lösungen entnommen, als ihrem Prozentgehalt im Skleron bei 20 g Einwaage entspricht. Die Zusammensetzung der Skleronlegierung wird etwa folgendermaßen angenommen (in %): 3 Cu, 12 Zn, 0,5 Fe, 0,8 Mn, 0,05 bis 0,3 Li und der Rest Al.

Für die Zusätze bestimmter Lithiummengen diente eine Chloridlösung, die im Liter 6,055 g Lithium enthielt. Angesetzt wurden 4 Versuche, denen 2, 4, 8 und 12 ccm der Lithiumlösung zugesetzt wurden, so daß also

Versuch 1 . . . 0,0121 g Lithium,
„ 2 . . . 0,0242 g „
„ 3 . . . 0,0484 g „
„ 4 . . . 0,0726 g „ enthält.

Die etwa 400 ccm betragende Lösung der Chloride wird mit Salzsäuregas gesättigt, wobei sich die Hauptmenge des Aluminiums als dichter, leicht filtrierbarer Kristallbrei in Form von Aluminiumchlorid abscheidet. Die überstehende, stark salzsaure Lösung wird nach dem Absetzen des Aluminiumsalzes abgegossen, der Rückstand mit einer hinreichenden Menge starker Salzsäure (spez. Gew. 1,19) durchgerührt und nach der Klärung werden beide Flüssigkeiten filtriert. Hierfür eignen sich vorzüglich Glasfiltertiegel von Schott & Gen. Das Auswaschen des Kristallbreies erfolgt mit Salzsäure, D. 1,19. Nach dem Wiederauflösen der Kristalle in Wasser wird dann noch einmal in gleicher Weise das Aluminium mit Salzsäuregas abgeschieden. Nunmehr ist so lange mit Salzsäure nachzuwaschen, bis die Aluminiumchloridkristalle rein weiß aussehen und die ursprünglich gelblich-grün gefärbte Lösung vollkommen aus dem Niederschlag verdrängt ist. In dem Niederschlag ist jetzt spektralanalytisch kein Lithium mehr nachweisbar. Die vereinigten Filtrate der Salzsäurefällung werden unter Vermeiden des Spritzens auf ein etwa 100 ccm betragendes Volumen eingeengt und in die Lösung zwecks Abscheidung weiterer Aluminiummengen nochmals Salzsäuregas eingeleitet. Eine Umfällung der jetzt noch ausfallenden Aluminiumchloridanteile ist nach dem Abfiltrieren und Auswaschen nicht mehr erforderlich. Das Filtrat wird, soweit als angängig, eingedampft, die freie Salzsäure durch wiederholte Zugabe von Wasser und Wiedereindampfen möglichst weitgehend ausgetrieben, der Rückstand mit Wasser aufgenommen und in der Wärme das Zink und Kupfer mit einer Auflösung von 5 g Oxalsäure gefällt. Die gefällten Oxalate werden nach kurzem Stehenlassen filtriert, mit Wasser ausgewaschen, sodann Filter samt Niederschlag in einem Rundkolben von 500 ccm mit konz. Schwefelsäure und unter vorsichtigem Zugeben von konz. Salpetersäure unter starker Erhitzung so lange behandelt, bis die Flüssigkeit nicht mehr schäumt, sondern gleichmäßig siedet; ein Zeichen dafür, daß der Oxydationsvorgang beendet ist. Nach dem Erkalten wird mit Wasser verdünnt und das Kupfer aus der Lösung elektrolytisch niedergeschlagen. Nach dem Eindampfen des Elektrolyten verjagt man die freie Schwefelsäure durch Erhitzen auf dem Sandbade. Die Fällung mit Oxalsäure muß, um den Zinkniederschlag lithiumfrei zu bekommen, wiederholt werden. Die Filtrate der beiden Oxalsäurefällungen werden vereinigt eingedampft, die Oxalsäure mit Schwefel-Salpetersäure oxydiert und der Überschuß an Schwefelsäure durch Erhitzen ausgetrieben. Der Rückstand wird mit Wasser aufgenommen und der Rest des Zinks in ameisensaurer oder schwach schwefelsaurer Lösung durch Schwefelwasserstoff als Schwefelzink gefällt. Aus dem Filtrat kocht man den Schwefelwasserstoff fort, fällt Eisen, Aluminiumreste und Mangan in der Hitze mit Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd und wäscht heiß mit Wasser aus. Die salzsaure Lösung dieses stets Lithium enthaltenden Niederschlages muß nach dem Vertreiben eines etwaigen Überschusses an Salzsäure nach dem Azetatverfahren in bekannter Weise behandelt werden, um den Niederschlag frei von Lithium zu erhalten. Aus dem Filtrat wird nach dem Einengen die Hauptmenge des Mangans elektrolytisch abgetrennt. Der mit dem inzwischen eingedampften Filtrate der Ammoniakfällung in einer Platinschale vereinigte Elektrolyt wird eingedampft, der Rückstand im Luftbade zur Staubtrockne gebracht und die Ammonsalze durch Erhitzen ausgetrieben. Die zurückbleibenden Sulfate werden darauf in Wasser und einigen Tropfen Salzsäure gelöst und die Lösung mit Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd behandelt. Es ist unerläßlich, den hierbei entstehenden geringen Niederschlag nach dem Abfiltrieren und Auswaschen nochmals in bekannter Weise auf den etwaigen Gehalt an Lithium zu untersuchen und gegebenenfalls nochmals umzufällen. Die Filtrate werden vereinigt, getrocknet und der Rückstand schwach geglüht. Er besteht nunmehr aus den Sulfaten der Alkalien, gegebenenfalls mit Spuren von Magnesium. Für ihre Trennung nach der Methode von Gooch ist es notwendig, sie in ihre Chloride überzuführen. Man versetzt zu diesem Zwecke ihre Auflösung in Wasser in der Wärme mit einer Lösung von essigsaurem Blei, filtriert nach dem Absetzen das sich bildende schwefelsaure Blei und entfernt in dem Filtrat das überschüssige Blei mit Schwefelwasserstoff. Das Filtrat vom Schwefelblei wird unter Zusatz von Salzsäure eingedampft und die schließlich erhaltene konzentrierte Lösung mit Amylalkohol behandelt; die amylalkoholische Lösung des Lithiumchlorids wird abgedampft, dieses durch Zusatz von Schwefelsäure in Sulfat übergeführt, der Rückstand geglüht und gewogen. Das bis zur Gewichtskonstanz geglühte Lithiumsulfat ist nunmehr noch auf Reinheit zu prüfen. Die Auflösung in Wasser darf weder mit Ammoniak (Aluminium), noch mit Ammoniak und Wasserstoffsuperoxyd (Mangan) einen Niederschlag erkennen lassen. Ist dies der Fall, also weder Aluminium noch Mangan vorhanden, so könnte jetzt nur noch Magnesium zugegen sein. Bei dem Vorhandensein von Magnesium zeigt sich nach kurzer Behandlung der Lösung mit Natronlauge in der Wärme eine leichte Ausflockung, die zu filtrieren ist. Die geringe, aus Magnesiumhydroxyd bestehende Ausfällung wird in Salzsäure gelöst und das Magnesium mit Ammoniumphosphat gefällt. Die als Magnesiumpyrophosphat gewogene Magnesia wird auf Magnesiumsulfat umgerechnet und von dem gefundenen Wert des Lithiumsulfates in Abzug gebracht.

Bei sachgemäßer und sorgfältiger Durchführung des beschriebenen Verfahrens werden hinreichend zuverlässige Werte für Lithium erhalten, wie die nachstehende Tabelle zeigt:

Tabelle 1.

Versuch Nr.	Angewandt Li in g	Gefunden	
		Li_2SO_4 in g	entspr. Li in g
1	0,0121	0,0932	0,0118
2	0,0242	0,1833	0,0231
3	0,0484	0,3747	0,0473
4	0,0726	0,5703	0,0720

Ein Nachteil der beschriebenen Methode ist jedoch die verhältnismäßig große, für die Analyse erforderliche Zeit, so daß sie für die Technik, die auf Erzielung schneller Analysenresultate Wert legen muß, wohl nur in seltenen Fällen herangezogen werden wird. Wir trachteten daher danach, ein anderes, schneller zum Ziele führendes und für praktische Verhältnisse anwendbares Untersuchungsverfahren aufzufinden. Es kam darauf an, die vielen Umfällungen und die Verwendung verschiedenartigster Reagentien zur Entfernung der die Legierung bildenden Bestandteile zu umgehen und, wenn möglich, sämtliche Stoffe in einer Operation aus der Auflösung

Digitized by Google

der Legierung herauszuschaffen. Das ist nun mit einer kleinen Einschränkung auch gelungen, wie im weiteren (Verfahren II) auseinandergesetzt werden soll.

Grundlagen des Verfahrens II. Die Chloride der hier in Frage stehenden Metalle, Kupfer, Aluminium, Zink, Eisen und Mangan, setzen sich in ihrer schwach salzsauren Auflösung mit frisch gefälltem Silberoxyd oder Silberkarbonat vollständig um, indem die Oxyde bzw. Karbonate der einzelnen Metalle und unlösliches Silberchlorid gebildet werden. Die Reaktion, in der Wärme ausgeführt, ist in fast allen Fällen quantitativ, oder doch so weitgehend, daß, wenn überhaupt, nur noch Spuren der betreffenden Metalle im Filtrate nachweisbar sind, die mit Leichtigkeit herausgeschafft werden können. Der aus den Oxyden bzw. Karbonaten der Metalle und aus Silberchlorid bestehende Niederschlag setzt sich rasch ab und ist leicht filtrier- und auswaschbar. Allerdings enthält der Niederschlag, je nach dem Lithiumgehalt der Legierung, mehr oder weniger Lithium. Beträgt der Lithiumgehalt nicht mehr als 0,1%, so kann man sich auf die einmalige Ausfällung der Metalle beschränken; die im Niederschlag verbleibenden Lithiummengen sind so gering, daß sie für praktische Verhältnisse unter Berücksichtigung von 20 g Einwaage außer Betracht bleiben können. In keinem der angestellten Versuche betrug der im Niederschlag zurückbleibende Gehalt an Lithium mehr als 0,005% oder, auf den Lithiumwert bezogen, rund 0,45%. Überschreitet hingegen der Prozentgehalt der Legierung an Lithium den Wert von 0,1%, so muß die Fällung wiederholt werden. Diese Fällung beansprucht indessen nicht viel Zeit und ist rasch ausführbar. Zu diesem Zwecke werden die Oxyde (Karbonate) mit Salzsäure zersetzt, vom unlöslichen Chlorsilber abfiltriert und das Filtrat eingedampft. Nach dem Aufnehmen mit Wasser wird die Lösung in gleicher Weise wie vorher behandelt. Die vereinigten Filtrate werden eingedampft, der Rückstand mit Salzsäure aufgenommen, mit Wasser verdünnt und von den sich hierbei bildenden und immer vorhandenen geringen Mengen Chlorsilber abfiltriert. Die Gegenwart von Silber im Filtrat bei Verwendung von Silberoxyd als Fällungsmittel rührt daher, daß Silberoxyd nicht ganz unlöslich in Wasser ist, bei Benutzung von Silberkarbonat aus der Entstehung von Silberoxyd durch Zersetzung des Karbonates bei der Ausfällung der Metalle in der Wärme. Wie schon hervorgehoben, ist das schließlich erhaltene Filtrat meistens frei von den Metallen und enthält nur noch Lithium, sowie immer Spuren von Natrium. Das Natrium entstammt entweder zum Teil der Legierung selbst, zum anderen Teil aber den frisch hergestellten, für die Fällung benutzten Silberpräparaten, die nicht völlig frei von Natrium zu bereiten sind.

Es seien an dieser Stelle noch einige Versuche angeführt, die darauf hinzielten, mit einer einmaligen Ausfällung der Metalle auch bei einem über 0,1% liegenden Lithiumgehalt auszukommen. Als zutreffend darf wohl angenommen werden, daß die Ursache des Zurückhaltens von Lithium dem sich bei der Reaktion in schwach alkalischer Lösung entstehenden Aluminiumhydroxyd zuzuschreiben ist, welches bekanntlich leicht Alkalien einschließt, die durch einfaches Waschen mit Wasser nicht mehr zu entfernen sind. Wird hingegen das Aluminium in schwach saurer Lösung nach der Azetatmethode niedergeschlagen, so ist es frei von diesen Stoffen, wie das bereits in der ersten Methode auseinandergesetzt worden ist und mit Erfolg auch verwendet wurde. Auf Grund dieser Überlegung wurde versucht, zunächst das Aluminium und gleichzeitig auch das Eisen nach dem Azetatverfahren auszufällen und hinterher in der gleichen Lösung die Umsetzung mit einem der Silberpräparate vorzunehmen. Es stellte sich aber bei mehreren Prüfungen heraus, daß die ausfallenden Metalloxyde bestimmbare Lithiummengen enthalten. Dies ist wohl dadurch zu erklären, daß die Lösung nach Beendigung der Reaktion infolge der Bildung von Ammoniak bzw. Ammoniumkarbonat deutlich alkalisch reagiert. Auch ein Versuch, anstatt der Azetatmethode die Fällbarkeit der dreiwertigen Metalle zwecks Trennung von den zweiwertigen nach dem bekannten Bariumkarbonatverfahren vorzunehmen, führte nicht zum Ziele, allerdings aus anderen Gründen als vorher. Die ausfallenden Metallverbindungen erwiesen sich zwar als praktisch frei von Lithium, in einzelnen Fällen war selbst durch die Spektralanalyse auch nicht die Spur von Lithium mehr nachzuweisen. Aber die in Lösung bleibenden Bariummengen schließen bei ihrer späteren Entfernung mit Schwefelsäure als Bariumsulfat erhebliche Lithiummengen ein, die nur umständlich wiedergewonnen werden können. Benutzt man an Stelle von Bariumkarbonat Magnesiumkarbonat, so ergibt sich die Schwierigkeit der Abtrennung der in Lösung verbleibenden erheblichen Magnesiamengen. Die besten Erfahrungen sind mit den Silberpräparaten bei zweimaliger Fällung gemacht worden, wobei dem Silberkarbonat der Vorzug zu geben ist. Bei Verwendung von Silberoxyd wurde vereinzelt die Beobachtung gemacht, daß nach der Umsetzung eine kolloidal aussehende Lösung entstand, der Niederschlag sich nur unvollkommen absetzte, welche Erscheinung mit Silberkarbonat als Fällungsmittel stets ausblieb. Allerdings konnte dieser Übelstand durch Eintragen von etwas frisch gefälltem Silberkarbonat in die Lösung behoben werden. Zu empfehlen ist aber trotzdem das Silberkarbonat, weil der mit diesem Präparate entstehende Niederschlag lockerer und leichter auswaschbar ist. Für die vollständige Umsetzung ist es hierbei allerdings erforderlich, die Fällungsflüssigkeit nach dem Eintragen des Karbonates nach und nach auf dem Wasserbade auf etwa 70°C unter häufigem Umrühren zu erwärmen und kurze Zeit bei dieser Temperatur zu erhalten. Der Analysengang für die Lithiumbestimmung gestaltet sich nun folgendermaßen:

Verfahren II. Eine Einwaage von 20 g Skleronmetall wird in einem 800 ccm fassenden Becherglase mit verdünnter Salzsäure zersetzt, zuletzt zur Erzielung vollständiger Auflösung Wasserstoffsuperoxyd hinzugefügt. Analog dem zuerst in dieser Mitteilung beschriebenen Verfahren wird auch hier die Hauptmenge des Aluminiums durch Einleiten von Salzsäuregas als Aluminiumchlorid aus der Lösung abgeschieden und die Fällung wiederholt. Das Abfiltrieren des Niederschlages geschieht unter mehrfachem Dekantieren mit rauchender Salzsäure durch einen Glasfiltertiegel von Schott & Gen. mit der Größenbezeichnung 17 G 4/3—5. Beide Filtrate werden vereinigt, auf ein etwa 100 ccm betragendes Volumen kon-

Digitized by Google

zentriert und in die Lösung nochmals Salzsäuregas eingeleitet. Der sich hierbei noch abscheidende Anteil Aluminiumchlorid wird abfiltriert, ausgewaschen, das Filtrat eingedampft, zuletzt in einem 800 ccm fassenden Becherglase, und die freie Salzsäure durch Eindampfen unter wiederholtem Zusatz von Wasser möglichst weitgehend ausgetrieben. Nach dem Aufnehmen des Rückstandes mit etwa 500 ccm Wasser trägt man in die Lösung frisch gefälltes Silberkarbonat ein und erwärmt auf dem Wasserbade unter häufigem Umrühren bis auf 70° C. Bei dieser Temperatur ist die Umsetzung vollendet, also alle Metalle als Oxyde bzw. Karbonate abgeschieden. Die Menge des erforderlichen Silberkarbonats berechnet sich folgendermaßen: Die Zusammensetzung des Skleronmetalls ist bekannt und annähernd auch konstant. Die Legierung besteht aus etwa 3% Kupfer, 12% Zink, der Rest im wesentlichen aus Aluminium, einschließlich der gewöhnlichen, im Aluminium vorkommenden Verunreinigungen, etwas Eisen und Mangan. Die Hauptmenge des Aluminiums ist schon als Aluminiumchlorid entfernt worden. Experimentell wurde festgestellt, daß der noch schließlich in Lösung verbleibende Anteil an Aluminium, der nicht mit Salzsäuregas fällbar ist, bei einer Einwaage von 20 g etwa 0,065 g, auf Al bezogen, ausmacht, also 0,32%. Anhaltspunkte bezüglich der Menge freier Salzsäure sind allerdings nicht gegeben. Da aber die überschüssige freie Salzsäure nach Möglichkeit ausgetrieben wurde, so stellt man etwas mehr Silberkarbonat her, als die Berechnung ergibt. Ausreichend ist im vorliegenden Fall aus 20 g Silbernitrat bereitetes Silberkarbonat, das man durch Umsetzung einer Auflösung von Silbernitrat in Wasser mit Natriumkarbonat in der Kälte herstellt und durch Auswaschen von den Natriumsalzen reinigt.

Nach dem Eintragen des Silberkarbonates in die Lösung und Erwärmen auf 70° C wird die klare Lösung durch einen Glasfiltertiegel, 17 G 4/3—5, gegossen, der Niederschlag wiederholt mit warmem Wasser dekantiert, schließlich auf das Filter gebracht und unter Absaugen mehrmals mit warmem Wasser ausgewaschen. Es ist jedoch ratsam, sich vor dem Abfiltrieren des Niederschlages von der Vollständigkeit der Umsetzung zu überzeugen. Dies geschieht einfach dadurch, daß man der überstehenden Lösung einige Tropfen entnimmt, mit Salpetersäure ansäuert und mit Silbernitrat auf Chlorionen untersucht. Ist Chlorion nachweisbar, so läßt man die Lösung unter wiederholtem Umrühren noch einige Zeit in der Wärme stehen; andernfalls kann sofort filtriert werden. Die Filtrate werden zur Trockne gedampft. Bei einer Wiederholung der Fällung zersetzt man den Niederschlag mit Salzsäure, filtriert vom Silberchlorid ab, dampft ein und verfährt, wie vorher beschrieben. Die Notwendigkeit der Umfällung ist aber nur dann vorhanden, wenn bestimmbare Lithiummengen in Frage kommen. Hiervon kann man sich mittels der Spektralanalyse des durch Eindampfen konzentrierten salzsauren Filtrates vergewissern. Erscheint die Lithiumlinie im Spektrum nur schwach und sofort wieder verschwindend, so ist die Umfällung des Metalloxydniederschlages zwecklos, weil die hier in Frage kommenden Lithiummengen praktisch keinen Einfluß auf das Ergebnis haben. Ist aber die Lithiumlinie bei der Prüfung intensiv und bleibt längere Zeit bestehen, so muß umgefällt werden.

Der das Lithium und Natrium enthaltende Trockenrückstand wird mit Wasser und etwas Salzsäure aufgenommen, die geringen sich bildenden Mengen Chlorsilber werden abfiltriert und die Lösung mit etwas Ammoniak und Wasserstoffsuperoxyd versetzt, um gegebenenfalls noch Spuren von Eisen und Mangan auszufällen. In den seltensten Fällen ist an dieser Stelle eine Ausscheidung zu beobachten. Nunmehr prüft man noch durch Zugabe von Schwefelwasserstoffwasser auf das Vorhandensein von Zink. Hin und wieder sind noch Spuren dieses Metalles nachweisbar, die leicht durch Filtrieren entfernt werden können. Das Filtrat dampft man ein, verflüchtigt die hier nur in kleinen Mengen vorhandenen Ammoniumsalze in der Hitze und verfährt im übrigen zwecks Trennung und Bestimmung von Lithium und Natrium, wie bei der ersten Methode angegeben ist. Da hier aber im Gegensatz zu dem ersten Verfahren die Chloride der Alkalien erhalten werden, kann unmittelbar zu ihrer Trennung nach dem Verfahren von Gooch geschritten werden.

Erwähnt sei noch, daß der bei zahlreicheren Analysen immerhin erhebliche Silberverbrauch ohne Belang ist, weil das Chlorsilber leicht auf Silber bzw. Silbernitrat verarbeitet und wiederverwendet werden kann. Bei den in der Tabelle angegebenen Versuchen sind die Verhältnisse durchweg einer Einwaage von 20 g Skleronmetall entsprechend gewählt worden. Die Trennung des Lithiums von den anderen Stoffen mit Silberkarbonat ist bei den Versuchen Nr. 1 bis 4 nur einmal, bei den übrigen dagegen wegen des weit höheren Lithiumzusatzes doppelt durchgeführt worden. Obwohl der Lithiumgehalt bei den Versuchen Nr. 3 und 4 den Wert von 0,1% bereits überschreitet, kommt ein Unterschied des Sollwertes gegenüber dem wahren Wert bei nur einmaliger Trennung doch erst in der dritten Dezimale zum Ausdruck.

Tabelle 2. Die Lithiumlösung wurde einer Auflösung von Metallchloriden, entsprechend 20 g lithiumfreiem Skleronmetall, zugesetzt.

Versuch Nr.	Angewandt Li in g	Gefunden Li in g	%-Gehalt ber. auf 100 g Skleronmetall	
			Angew. Li in %	Gef. Li in %
1	0,0097	0,0093	0,049	0,047
2	0,0195	0,0195	0,098	0,098
3	0,0292	0,0284	0,146	0,142
4	0,0390	0,0381	0,195	0,191
5	0,0487	0,0490	0,244	0,245
6	0,0602	0,0597	0,301	0,299
7	0,0702	0,0699	0,351	0,350
8	0,0803	0,0800	0,402	0,400
9	0,0903	0,0899	0,452	0,450
10	0,1003	0,1001	0,502	0,501

Sodann ist noch versucht worden, an Stelle des Trennungsverfahrens von Gooch die Trennung des Lithiums vom Natrium bzw. Kalium nach der von A. Carnot[1] bekanntgegebenen Fluoridmethode durchzuführen. Diese Methode gründet sich auf die verschiedene Löslichkeit des Fluorlithiums gegenüber den Fluoriden der übrigen Alkalimetalle. Wegen der Einzelheiten des Analysenganges muß auf das Original verwiesen werden. Tabelle 3 zeigt die nach diesem Verfahren ermittelten Werte für Lithium bei verschiedenen Mengen Lithium und Natrium.

Tabelle 3.

Versuch Nr.	Angewandt in g		Entspr. Li in g	Gefunden in g		Unterschied in mg
	Lithiumsulfat	Natriumsulfat		Lithiumsulfat	entspr. Lithium	
1	0,3180	—	0,04015	0,3130	0,03951	—0,64
2	0,3764	0,05	0,04752	0,3750	0,04734	—0,18
3	0,2352	0,10	0,0297	0,2345	0,02961	—0,09
4	0,1882	0,20	0,02376	0,1852	0,02338	—0,38
5	0,0941	0,30	0,01188	0,0907	0,01145	—0,43

Bei den gefundenen Zahlenwerten für Lithium ist auf die im Original hingewiesene geringe Löslichkeit des Fluorlithiums in der verdünnten ammoniakalischen Flüssigkeit keine Rücksicht genommen worden. Die Löslichkeit beträgt nach Carnot für 7 ccm Flüssigkeit 2 mg Fluorlithium oder etwa 4 mg Lithiumsulfat. Nach

[1] A. Carnot: Bull. Soc. Chim. de Paris (3) Bd. 1, S. 280; s. auch Z. analyt. Chem. Bd. 69, S. 332. 1890.

Digitized by Google

Feststellung des Volumens vom Filtrat und Waschwasser müßten nach Maßgabe der Löslichkeit entsprechende Lithiummengen in Abzug gebracht werden. Würden diese Verhältnisse berücksichtigt werden, so ergäben sich weniger gut übereinstimmende Lithiumwerte, als tatsächlich experimentell gefunden worden sind.

Die ermittelten Ergebnisse stimmen sehr gut mit den bei den einzelnen Versuchen zugesetzten Lithiummengen überein, so daß das Verfahren für praktische Zwecke empfohlen werden kann. Allerdings ist im Filtrat von dem abfiltrierten Lithiumfluorid spektroskopisch stets Lithium deutlich nachzuweisen.

Über die Prüfung der Zinnauflage von Kupferdrähten.

Von **E. Schürmann** und **H. Blumenthal**[1].

Übersicht. Es werden zwei Verfahren beschrieben, von denen das eine die schnelle und angenäherte Bestimmung der Stärke der Verzinnung ermöglicht, während nach dem zweiten Verfahren undichte Stellen in der Verzinnung rasch festzustellen sind.

Die Haltbarkeit gummiisolierter Leitungsdrähte wird bekanntlich sehr vermindert, wenn das Kupfer des Drahtes mit der Gummiisolierung in Berührung kommt. Aus diesem Grunde werden die Kupferdrähte, welche mit einer Gummiisolierung versehen werden sollen, verzinnt. Durch die Zinnauflage soll der Kupferdraht möglichst vollständig vor einem Kontakt mit dem Gummi geschützt werden, welches Ziel aber nur dann erreicht wird, wenn die Zinnschicht überall dicht ist und fest auf dem Kupfer aufliegt, ohne dabei aus Gründen der Wirtschaftlichkeit zu stark auszufallen. Da es nicht immer möglich ist, die Beschaffenheit der Verzinnung ohne weiteres zu erkennen, so müssen chemische Verfahren dazu zu Hilfe genommen werden.

Die Feststellung der Dicke der Verzinnung, d. h. der Menge des Zinns, die sich auf der Oberflächeneinheit befindet, läßt sich ohne weiteres nach bekannten analytischen Verfahren durchführen, und zwar durch Abscheidung und Auswage des Zinns als SnO_2. Zur Untersuchung der Dichtigkeit der Zinnauflage von verzinnten Kupferdrähten, die noch nicht mit Gummiisolierung bekleidet waren, ist von Beaver 1897 folgendes Verfahren, das unter dem Namen „Glovertest" bekannt wurde, vorgeschlagen worden[2]:

Der entfettete Draht wird zunächst in Salzsäure von bestimmtem spezifischen Gewicht eingetaucht, dann mit Wasser abgespült und hiernach der Einwirkung einer starken Natriumpolysulfidlösung ausgesetzt; die Stellen der Drahtoberfläche, welche nicht von Zinn bedeckt sind, schwärzen sich hierbei unter Bildung von Schwefelkupfer.

Für Betriebsuntersuchungen dürfte die quantitative Ermittlung des Zinns nach dem oben angeführten Verfahren nur ausnahmsweise in Frage kommen, da sie zu zeitraubend ist. Die Polysulfidprobe auf die Dichtigkeit der Verzinnung hat den Nachteil, daß sich hierbei auch andere schwarze Metallsulfide bilden können, wenn z. B. das Zinnbad Kupfer, Blei oder Wismut enthalten hat. Blei oder Wismut werden dem Bade mitunter zulegiert, um seinen Schmelzpunkt zu erniedrigen, und Kupfer wird sich darin während des Gebrauches stets auflösen. Der Kupfergehalt länger gebrauchter Zinnbäder kann auf diese Weise die Menge von einigen Prozenten erreichen. Sodann wird die Eindeutigkeit der Polysulfidprobe noch dadurch beeinträchtigt, daß metallisches Zinn von einer starken Polysulfidlösung angegriffen und gelöst wird. Von 5 g Zinngranalien waren z. B. nach 20 St. etwa 2 g von einer Polysulfidlösung vom spezifischen Gewicht 1,142 aufgenommen worden.

Es besteht infolgedessen die Gefahr, daß an Stellen, an denen der Kupferdraht eine nur dünne, aber dichte Zinnschicht aufweist, diese während der Behandlung mit der Polysulfidlösung, wenn auch nur teilweise, abgelöst das darunterliegende Kupfer freigelegt und geschwärzt wird. Die Polysulfidmethode gibt somit keinen sicheren Anhaltspunkt für die Entscheidung, ob eine mangelhafte Verzinnung vorliegt.

Weitere chemische Prüfverfahren sind nicht bekannt; es schien deshalb angezeigt, Versuche anzustellen, die darauf abzielten, einen geeigneten und für die Technik brauchbaren Weg zur schnellen Beurteilung der Stärke und Dichtigkeit der Zinnauflage aufzufinden. Die Ergebnisse dieser Versuche sollen nachstehend beschrieben werden.

I.

Läßt man auf metallisches Zinn (oder auf eine Zinnlegierung) eine wäßrige oder schwach salzsaure Eisenchloridlösung einwirken, so findet Umsetzung nach folgender Reaktionsgleichung statt:

$$Sn + 2\,FeCl_3 = SnCl_2 + 2\,FeCl_2.$$

Auch die Bestandteile einer Zinnlegierung, wie Blei, Antimon und Kupfer, werden von Eisenchlorid zu salzsauren Verbindungen umgesetzt und gehen in Lösung. Diese Reaktion, die an und für sich langsam verläuft, kann in ihrer Geschwindigkeit weitgehend durch eine Veränderung der Konzentration des Lösungsmittels beeinflußt werden. Taucht man z. B. einen verzinnten Kupferdraht in eine 3proz. salzsaure Lösung von $FeCl_3$, so löst sich die Zinnauflage ab, und es tritt nach einiger Zeit das darunterliegende Kupfer in Erscheinung. Der dabei etwas störende Einfluß der gelben Farbe der Eisenchloridlösung läßt sich durch die Benutzung einer farblosen Eisenlösung ausschalten. Eine solche nahezu farblose Lösung kann man erzielen, wenn in 1000 ccm Wasser 100 g Ferriammoniumsulfat (Eisenalaun) aufgelöst und dieser Lösung 50 ccm Salzsäure (spezifisches Gewicht 1,12) sowie 25 ccm Phosphorsäure (spez. Gewicht 1,7) zugesetzt werden. Mit dieser Lösung sind nun verschiedene verzinnte Leitungsdrähte, die aus der Technik bezogen waren, behandelt worden; sie wurden bis

[1] Original: Elektrotech. Zeitschr., Jg. 48, 1927, Heft 36, 1295.

[2] J. Inst. El. Engs. London. Bd. 53. S. 70. 1915; vgl. auch Proc. Am. Soc. for Testing Mat. Bd. 19 I, S. 689. 1919.

Digitized by Google

zu einer bestimmten Länge in einen mit der Eisenalaunlösung beschickten Glaszylinder eingehängt und während des Ablösevorganges jede Bewegung des Drahtes und der Flüssigkeit vermieden. Die Temperatur der Lösung betrug etwa 18°. Die Zeiten wurden jedesmal gemessen, die verstrichen, bis die Kupferfarbe irgendwo deutlich sichtbar wurde und später die Menge des gelösten Zinns analytisch ermittelt. Die hierbei beobachteten Werte gehen aus nachstehender Zahlentafel hervor.

Zahlentafel.

Länge des geprüften Drahtes cm	Durchmesser des Drahtes mm	Reaktionsdauer min	Gelöste Zinnmenge mg
1	2	3	4
25	0,8	11,5	7,1
25	1,13	4	3,5
25	1,38	11,5	11,0
25	1,52	5	6,0
25	1,78	5	6,6
25	1,80	18	24
25	1,38 gummiisoliert	20	25
25	1,78 gummiisoliert	65	90
25	1,80 gummiisoliert	13	18,7

Die Zeitdauer des Ablösevorganges ist, wie man aus Spalte 3 und Spalte 4 ersieht, in unmittelbare Beziehung zu der Stärke der Zinnauflage zu bringen, und es lassen sich daraus mit genügender praktischer Genauigkeit Schlüsse ziehen für die auf der Oberflächeneinheit vorhandene Zinnmenge des Drahtes.

Für Drähte, deren Durchmesser unter 0,5 mm liegt, wird eine verdünntere Eisenalaunlösung angewandt, da sie im allgemeinen wesentlich schwächer verzinnt sind. Als zweckmäßig erwies sich dabei eine Lösung, die man erhält, wenn die stärkere Lösung im Verhältnis 1 : 4 verdünnt wird.

Beim Ablösen der Zinnauflage stärker verzinnter Drähte sind zwar Ungleichmäßigkeiten in der Stärke der Verzinnung leicht zu erkennen, weil das Kupfer an den schwächer verzinnten Stellen viel schneller sichtbar wird, als an denen mit dickerer Verzinnung. Das beschriebene Verfahren ist aber kein Kriterium dafür, ob eine mangelhafte Verzinnung vorliegt, d. h. eine Verzinnung, die den Kupferdraht stellenweise nicht völlig bedeckt, nicht überall dicht genug ist oder nicht fest anhaftet. Hierfür dürfte sich aber folgendes Verfahren eignen.

II.

Metallisches Kupfer reagiert mit einer ammoniakalischen Lösung von Ammoniumpersulfat unter Bildung einer blau gefärbten wasserlöslichen Kupferoxydammoniakverbindung. Hierbei ist es von entscheidender Bedeutung, daß von einer solchen Persulfatlösung, wie festgestellt wurde, weder Zinn noch die ihm gegebenenfalls zulegierten Metalle, ja selbst nicht das legierte Kupfer, angegriffen werden. Selbst Späne einer Zinn-Kupfer-Legierung, deren Kupfergehalt rd. 10% betrug, der Einwirkung einer Lösung von 1% Ammoniampersulfat und 2% Ammoniak während 24 St. ausgesetzt, verhielten sich völlig neutral. Es trat nicht die geringste Blaufärbung auf, und in der Lösung waren weder Zinn noch Kupfer nachweisbar.

Nach diesen Fesstellungen wurde ein Kupferdraht sorgfältig mit reinem Zinn, ein anderer mit einer Legierung verzinnt, die aus einem schon längere Zeit gebrauchten Zinnbade einer Verzinnerei stammte und, wie analytisch festgestellt, außer rd. 3% Kupfer noch 1% Wismut und etwas Blei enthielt. Beide Drähte wurden in ein Reagenzglas mit Persulfatlösung von oben beschriebener Konzentration gehängt; in beiden Fällen, selbst nach mehreren Stunden, trat keine Bildung von blauem Kupferammoniumsalz ein. Sobald aber die Zinnauflage mechanisch verletzt worden war, bildete sich schon nach wenigen Sekunden eine blaue Zone um diese Stelle herum, und nach einigen Minuten war die ganze Flüssigkeit blau gefärbt. Um zu einer größeren Zahl vergleichbarer Ergebnisse zu gelangen, wurden eine Reihe gummiisolierter und eine weitere Anzahl nicht isolierter, verzinnter Kupferdrähte aus dem Betrieb bzw. aus dem Handel bezogen und nebeneinander dem beschriebenen Prüfverfahren unterzogen. Nach gründlicher Reinigung mit Benzin oder Äther und Schützen der Schnittfläche der zu prüfenden Drahtlänge gegen die Einwirkung der Persulfatlösung durch Feuerverzinnung oder durch Eintauchen in geschmolzenes Paraffin erfolgte die Prüfung in der Weise, daß die Drähte in Reagenzgläser in die ammoniakalische Persulfatlösung eingehängt wurden. Hierbei zeigte sich bei einigen Drähten schon nach einer Reaktionsdauer von rd. 1 Min. eine deutlich erkennbare Blaufärbung der den Draht umgebenden Flüssigkeitszone, während bei anderen noch keinerlei Einwirkung zu beobachten war. Nach einer halben Stunde hatten zwei Drähte überhaupt noch nicht reagiert, während bei den übrigen Proben überall mehr oder weniger starke Blaufärbung der Lösungen festzustellen war. Unter dem Mikroskop waren diese Stellen, an welchen die Reaktion stattgefunden hatte, sehr deutlich an der leuchtenden Kupferfarbe zu erkennen und kennzeichneten sich teils als kraterförmige Vertiefungen, teils aber als Streifen, die sich an der ganzen Drahtlänge entlang zogen. Die Verzinnung selbst ließ keinerlei Veränderung wahrnehmen, vielmehr war das blanke Aussehen der Oberfläche völlig erhalten. Die mit einer Gummiisolierung versehenen Drähte hatten sich dabei nicht anders verhalten, als die nichtisolierten: einer von ihnen hatte die Prüfung während 1 St. bestanden, während die beiden anderen dabei verschieden schnell angegriffen worden waren. Es mußte daraus geschlossen werden, daß die Veränderung, die das freiliegende Kupfer beim Vulkanisieren oder später durch Bildung von CuS erleidet, die Umsetzung mit der ammoniakalischen Persulfatlösung nicht hindert. Schwefelkupfer wird auch tatsächlich, wenn auch langsamer als metallisches Kupfer, von Persulfatammoniak umgesetzt, es schützt deshalb das darunterliegende Kupfer nicht. Wurde auf einem gut verzinnten Draht stellenweise nach mechanischem Entfernen der Zinnschicht Schwefelkupfer durch Eintauchen in eine Sulfidlösung erzeugt und dieser Draht der Prüfung mit Persulfat unterzogen, so färbte sich die Lösung schnell blau, ohne daß sich jedoch das schwarze Schwefel-

Digitized by Google

kupfer sichtlich veränderte. Unter dem Mikroskop sah man an den betreffenden Stellen überall das metallische Kupfer durchscheinen. Die Persulfatlösung hatte mithin durch die Schwefelkupferschicht hindurch ohne weiteres mit dem Kupfer reagiert, so daß das Prüfverfahren also auch für die Untersuchung gummiisolierter verzinnter Kupferdrähte anwendbar ist.

Durch Veränderung der Konzentration der Lösung hat man es auch bei diesem Prüfverfahren in der Hand, die Reaktionsgeschwindigkeit abzustimmen: eine Lösung von 0,1% Ammoniumpersulfat und 0,5% Ammoniak reagierte viel langsamer. Die Unterschiede in dem Verhalten der Drähte gegenüber der verdünnteren Persulfatlösung waren aber die gleichen wie bei der Einwirkung der stärkeren Lösung. Da die Stärke der Zinnauflage in keinem Zusammenhang mit ihrer Dichtigkeit steht, so kann bei dem beschriebenen Prüfverfahren die anzuwendende Konzentration der Lösung die gleiche sein, gleichgültig, ob Drähte größeren oder kleineren Durchmessers damit geprüft werden sollen. Bei Anwendung einer Ammoniumpersulfatlösung bestimmter Zusammensetzung und Temperatur und bei Kenntnis der Länge und Stärke der zu prüfenden Drähte wird sich leicht bestimmen lassen, welche Kupfermengen, bezogen auf die Drahtoberfläche, in einer bestimmten Zeit an die Flüssigkeit abgegeben werden. Die Kupfermenge an und für sich ist leicht und schnell auf kolorimetrischem Wege zu ermitteln. Liegen erst die Ergebnisse eines größeren Versuchsmaterials vor, so wird sich dann sehr bald herausstellen, wo die Grenzen für die gelösten Kupfermengen zu ziehen sind, um noch die Haltbarkeit der Drähte zu gewährleisten.

Das erste Verfahren gestattet rasch durch Eintauchversuche die annähernde Bestimmung der Zinnmenge, die sich auf einem Stück verzinnten Kupferdrahtes befindet. Mit Hilfe des zweiten Verfahrens ist es möglich, ohne die Zinnschicht des verzinnten Kupferdrahtes anzugreifen, undichte Stellen der Zinnschicht, seien sie auf Porosität der Zinnauflage oder auf mechanische Verletzungen zurückzuführen, rasch zu erkennen.

Hiermit wären u. E. wohl geeignete Grundlagen für die Beurteilung der Verzinnung von Kupferdrähten gegeben, nach der man vielleicht eine Vorhersage hinsichtlich des Verhaltens gummiisolierter Leitungsdrähte bei der Vulkanisation treffen könnte. Absolut dichte Verzinnungen werden wohl Ausnahmen bleiben, jedoch dürften die von Zinn nicht bedeckten Stellen ein gewisses Maß nicht überschreiten.

Angelegenheit der Technik wird es sein, die mitgeteilten Verfahren für ihre Zwecke auszuwerten.

Über ein Verfahren zur Bestimmung kleinster Antimonmengen im Kupfer.

Von **H. Blumenthal.**[1]

Die Bestimmung des im Kupfer enthaltenen Antimons wird nach den bekannten Arbeitsverfahren zur Analyse des Kupfers von

1. Jungfer[2] nach Fällung der gesamten Kupfermenge als Kupferjodür oder nach der Methode von

2. Hampe[3], der das Kupfer als Rhodanür entfernt, in den Filtraten der Niederschläge durch Trennung von den übrigen Beimengungen vorgenommen. Beide Methoden liefern zwar genaue Werte, sind aber zeitraubend, da wie gesagt zunächst das gesamte Kupfer abgeschieden wird und infolgedessen wegen der notwendigerweise anzuwendenden großen Einwaagen auch große Niederschlagsmengen zu filtrieren sind. Das Verfahren von Jungfer hat außerdem den Nachteil der Kostspieligkeit, weil Jodkalium als Fällungsmittel verwandt wird, wovon zur vollständigen Abscheidung des Kupfers die etwa $2^1/_2$fache Gewichtsmenge der Einwaage erforderlich ist, es sei denn, daß man sich der Mühe unterzieht, aus den Kupferjodürniederschlägen später das Jod wiederzugewinnen. Diese Mängel wird man um so weniger in Kauf nehmen wollen, wenn es auf die Ermittlung des Antimongehaltes allein ankommt und hierbei, wie es im Betriebs- oder Handelslaboratorium doch stets die Regel ist, möglichst schnell einwandfreie Werte erzielt werden müssen. Es hat deshalb nicht an Vorschlägen gefehlt, die darauf abzielten, das Antimon unmittelbar aus der Kupferlösung durch ein Fällungsmittel abzuscheiden, ähnlich wie es gelingt, das gesamte Arsen und das Wismut durch Anfällen mit Sodalösung unter gewissen Bedingungen daraus zu isolieren. So übersättigt zu diesem Zweck E. Brownson[1] die salpetersaure Lösung des Kupfers nach Zusatz von etwas Eisen mit Ammoniak und will auf diesem Wege neben Arsen alles Antimon, wie er vermutet okkludiert als Ammoniumantimonat, zur Abscheidung bringen. Nachprüfungen dieses Verfahrens, die hier vorgenommen wurden, bestätigten nicht sein Ergebnis, vielmehr gelang es auf diese Weise, nur einen Teil des angewandten Antimons, mitunter nur etwa 60% davon wiederzufinden. Andere Verfahren zur unmittelbaren Abscheidung des Antimons sind in der Fachlieratur nicht angegeben. Später hat zwar B. S. Evans[2] noch eine Methode der „Schätzung kleiner Mengen Antimon in Kupfer und Messing" mitgeteilt, nach welcher er auch erst eine Fällung des gesamten Kupfers, und zwar als Metall durch Reduktion mit Natriumhypophosphit in schwefelsaurer Lösung vornimmt. Das Verfahren wurde nicht nachgeprüft, weil es immer noch zu umständlich erschien, um in kürzester Zeit zu Ergebnissen zu führen. Hierfür war nur der direkte Weg einer Abscheidung des Antimons aus der salpetersauren Kupferlösung gegeben, und in dieser Richtung mußten also Versuche angestellt werden.

Wie schon erwähnt, gelingt die quantitative Fällung des Arsens, wenn die salpetersaure Kupferlösung zunächst mit Ammoniak oder Natronlauge vom Säure-

[1] Original: Z. analyt. Chemie 1928, Bd. 74, S. 33.

[2] Jungfer: Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. 1887, S. 490.

[3] Hampe: Chem.-Ztg. Bd. 17, S. 1691. 1893.

[1] E. Brownson: Bull. Am. Min. Eng. 1913, S. 1489; Z. angew. Chem. Bd. 27, S. 83. 1914.

[2] B. S. Evans: Analyst Bd. 47, 1./9. Jan. 1922.

Digitized by Google

überschuß befreit wird; zur schwach sauren Lösung wird etwas Eisenchlorid zugegeben und mit Sodalösung angefällt. Da hierbei die Versuchsbedingungen andere sind, als bei dem beschriebenen Verfahren von Brownson, so hätte vielleicht zusammen mit dem Arsen auch eine vollständige Abscheidung des Antimons zustandekommen können. Diese Vermutung wurde nicht bestätigt. Die Versuche, welche zu diesem Ergebnis führten, und ebenso die späteren, wurden angestellt mit Lösungen von je 25 g reinstem Elektrolytkupfer, denen 25 ccm einer 0,4proz. wäßrigen Lösung von Kaliummetantimonat zugesetzt waren. Durch wiederholte Analyse war der Gehalt dieser Lösung an Antimon wie folgt ermittelt worden:

1 ccm = 0,001944 g Sb;
mithin in 25 „ = 0,0486 g Sb.

Von der zugefügten Antimonmenge, also von 0,0486 g Sb, wurden nach dem eben geschilderten Arbeitsverfahren zusammen mit dem Eisenhydroxyd- bzw. Kupferkarbonatniederschlage abgeschieden und schließlich wiedergefunden:

Versuch 1: 0,0321 g Antimon = 66% der angewandten Menge;
„ 2: 0,0380 g „ = 78% der angewandten Menge.

Wurde die Fällung im Filtrat des ersten Niederschlages wiederholt, so konnten weiter abgeschieden werden:

Zu Versuch 1: 0,0062 g Antimon,
„ „ 2: 0,0030 g „ ;

es gelang also auch dann nicht, den fehlenden Rest des angewandten Antimons ganz zu erfassen. Diese Versuchsbedingungen waren mithin nicht geeignet, die kolloidal gelöste Antimonsäure vollständig niederzuschlagen. Versuche, an Stelle von Eisenhydroxyd andere dreiwertige Metallhydroxyde wie Aluminiumhydroxyd, basische Wismutsalze oder andere anzuwenden, schlugen ebenfalls fehl, und es mußte daraus gefolgert werden, daß die **ammoniakalische** Kupferlösung ein ungeeignetes Medium für ein auf der Ausfällung der kolloiden Antimonsäure beruhendes Verfahren ist. Eine Erklärung hierfür schien durch die Feststellungen gegeben, welche Jander[1] über das Verhalten von kolloiden Antimonsäurelösungen gegenüber stärkeren Alkalilaugen gemacht hat. Wie hierbei die Umsetzung zu Alkalisalzen der Antimonsäure zustande kam, so mußte unter der Einwirkung von Ammoniak mit der Bildung von löslichen Ammoniumsalzen, d. h. mindestens mit einer teilweisen Aufhebung des kolloiden Zustandes der Lösung gerechnet werden. Traf diese Annahme zu, so konnten Versuche, in saurer Lösung durch Anwendung eines geeigneten Kolloides zum Ziele zu kommen, erfolgreicher sein, was sich, wie im folgenden ausgeführt werden soll, bestätigte.

Läßt man in salpetersaurer Lösung Manganosalze mit Kaliumpermanganat reagieren, so treten beide unter Bildung von Mangandioxyd in Wechselwirkung und der anfänglich kolloide Niederschlag kann durch Erwärmen und Schütteln der Flüssigkeit leicht vollständig zur Ausflockung gebracht werden. Bekanntlich bedienten sich A. Guyard und später Volhard[1] dieser Reaktion zur quantitativen titrimetrischen Bestimmung des Mangans. Eine solche Fällung von Mangandioxyd wurde in der mit Ammoniak abgestumpften schwach salpetersauren Lösung von je 25 g Elektrolytkupfer, welcher wieder 0,0486 g Antimon zugesetzt waren, erzeugt. Nach kurzem Aufkochen und wiederholtem Durchschütteln der Flüssigkeit wurde abfiltriert, mit heißem Wasser ausgewaschen, was in wenigen Minuten beendet war, und der Niederschlag auf Antimon untersucht.

Versuch 3 angewandt: 0,0486 g Sb; gefunden: 0,0468 g Sb;

Versuch 4 angewandt: 0,0486 g Sb; gefunden: 0,0472 g Sb.

Die Filtrate wurden nochmals wie oben behandelt und hierbei weiter gefunden:

zu Versuch 3: 0,0018 g Sb und
„ „ 4: 0,0018 g Sb.

Mithin insgesamt

Versuch 3: 0,0486 g Sb und
„ 4: 0,0490 g Sb,

d. h. in beiden Versuchen die angewandte Menge.

Nunmehr wurden eine Anzahl von Kupferproben einerseits nach dem Jodürverfahren, andererseits nach der beschriebenen Fällungsmethode in zwei Versuchsreihen auf ihren Antimongehalt geprüft und hierbei ermittelt:

	Jodürverfahren Sb %	Mangandioxydverfahren Sb %	
Probe 1	0,052	0,050	0,054
Probe 2	0,011	0,010	0,010
Probe 3	0,022	0,022	0,022
Probe 4	0,019	0,022	0,023

Es bestätigte sich somit die Brauchbarkeit der Methode und als am zweckmäßigsten erwies sich folgende Art der Ausführung:

Die Einwaage des Metalls, welche je nach dem zu erwartenden Antimongehalt 25 bis 100 g beträgt, wird in der eben hinreichenden Menge Salpetersäure spez. Gew. 1,4 aufgelöst und die Lösung so lange gekocht, bis keine Stickoxyde mehr wahrzunehmen sind. Auf eine hierbei auftretende Trübung, die von etwa vorhandenem Zinn oder auch von Antimonverbindungen herrühren kann, wird zunächst keine Rücksicht genommen. Man verdünnt die Flüssigkeit nach dem Abkühlen je nach der Einwaage auf 250 ccm bis 600 ccm mit kaltem Wasser und setzt so lange verdünntes Ammoniak hinzu, bis eben eine Fällung bestehen bleibt. Diese wird mit wenig Salpetersäure in Lösung gebracht. Jetzt fügt man 5 ccm einer wäßrigen Mangansulfatlösung hinzu, welche 5 g kristallisiertes $MnSO_4$ in 100 ccm enthält, ferner zunächst 3 ccm einer etwa normalen Kaliumpermanganatlösung und kocht unter häufigem Durchschütteln auf. Die Permanganatfärbung verschwindet hierbei und es scheidet sich Mangandioxyd ab, das sich gut zusammen-

[1] Jander: Kolloid-Z. Bd. 23, S. 122. 1918.

[1] Volhard: Ann. Chem. Pharm. Bd. 198, S. 318.

Digitized by Google

ballt, während sich die überstehende Flüssigkeit klärt. Nach Zugabe von weiteren 3 ccm $n/_1$ $KMnO_4$-Lösung und wiederholtem Aufkochen und Umschütteln kann filtriert und mit heißem Wasser ausgewaschen werden, was in kürzester Zeit vonstatten geht. Das Filtrat ist völlig klar, enthält aber in der Regel noch Spuren von Antimon und muß deshalb nochmals wie oben behandelt werden. Es genügt, wenn man die Fällung mit 2 ccm Mangansulfatlösung und 3 ccm Kaliumpermanganatlösung wiederholt. Beide Niederschläge werden vereinigt, indem man sie in dasselbe Gefäß vom Filter abspritzt und die daran und an den Glaswandungen haftenden Mengen von Mangandioxyd mit verdünnter Salzsäure, der etwas Wasserstoffperoxyd zugesetzt wurde, ablöst. Sie werden durch Erwärmen mit Salzsäure vollständig in Lösung gebracht und die Flüssigkeit so lange gekocht, bis kein Chlor mehr wahrzunehmen ist. Ein hierbei etwa verbleibender unlöslicher Rückstand wird abfiltriert, zunächst mit heißem salzsauren Wasser, dann mit reinem Wasser ausgewaschen und verascht. Er wird durch Schmelzen mit wenig Natriumperoxyd in einem kleinen Eisentiegel aufgeschlossen, die Schmelze mit warmem Wasser aufgenommen, mit Salzsäure angesäuert und mit dem Filtrat vom unlöslichen Rückstand wieder vereinigt. In dieses leitet man, nachdem die Hauptmenge freier Säure mit Ammoniak abgestumpft wurde, Schwefelwasserstoff ein. Der Niederschlag, der alles Antimon neben mitgefälltem Zinn, Arsen, Wismut, Blei und etwas Kupfer enthält, wird nach dem Abfiltrieren und Auswaschen mit Schwefelnatrium ausgezogen. Man spritzt ihn zu diesem Zweck in das Gefäß, in welchem die Fällung vorgenommen wurde, zurück, übergießt das Filter mit etwa 20 ccm heißer Schwefelnatriumlösung 1 : 5 und wäscht mit Wasser nach. Zur Vervollständigung der Umsetzung wird die Flüssigkeit kurz aufgekocht und nunmehr von den ungelösten Sulfiden abfiltriert, die man mit heißem, schwefelnatriumhaltigem Wasser auswäscht. Im Filtrat werden die Sulfide von Antimon, Zinn und Arsen, die als Sulfosalze gelöst sind, durch Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure (1 : 2) wieder zur Abscheidung gebracht. Nachdem sie auf einem Filter gesammelt und ausgewaschen sind, können sie durch Kochen mit Bromsalzsäure gelöst und nach den üblichen Verfahren die Trennung und Bestimmung des Antimons vorgenommen werden.

Will man hierbei möglichst schnell zum Ziele kommen, so empfiehlt es sich, das bekannte titrimetrische Verfahren von Györy[1] anzuwenden, welches darauf beruht, daß Antimonpentachlorid durch Reduktion mit Natriumsulfit in salzsaurer Lösung in Antimontrichlorid übergeführt und dieses mit Kaliumbromat unter Anwendung von Indigo- oder von Methylorangelösung als Indikator titriert wird. Es gelingt hierbei, die Trennung des Antimons von Arsen in einer Operation durchzuführen. Diese ist bekanntlich bei Anwendung des obigen Verfahrens notwendig, da andernfalls das Arsen an der Reaktion teilnimmt und mitbestimmt würde. Man konzentriert deshalb die Flüssigkeit durch gelindes Kochen so lange, bis alles Brom verdampft und ein Volumen von etwa 30 ccm erreicht ist. Nach Zusatz von etwa 40 ccm rauchender Salzsäure und 3 g Natriumsulfit wird die Lösung durch Kochen wieder auf etwa 30 ccm eingeengt. Hierbei wird das Arsen mit dem entweichenden Chlorwasserstoff als Trichlorid verflüchtigt und gleichzeitig alles Antimon zu Trichlorid reduziert. Man bringt die Flüssigkeit mit heißem Wasser auf das doppelte Volumen und kann nun ohne weiteres titrieren. Werden die geschilderten Bedingungen eingehalten, so ist in der Regel das Arsen vollständig schon bei einmaliger Reduktion entfernt, ohne daß dabei Antimon verlorengeht. Um Gewißheit zu haben, daß alles Arsen entfernt ist, wiederholt man diese Behandlung und titriert nochmals. War die Verflüchtigung des Arsens schon bei der ersten Reduktion gelungen, so stimmen die Ergebnisse beider Titrationen überein.

Sollte gegen das beschriebene Verfahren das Bedenken bestehen, daß bei der Verflüchtigung des Arsens Antimonverluste eintreten, so kann die Trennung des Antimons vom Arsen auch in der Weise durchgeführt werden, daß man das Arsen nach Zusatz von Chlorammonium mit Magnesiamixtur in ammoniakalischer Lösung als Magnesiumammoniumarsenat abscheidet. Die Bestimmung des Antimons wird dann im Filtrat entweder gewichtsanalytisch nach den bekannten Verfahren oder maßanalytisch z. B. nach der Methode von Low[1] durch Abrauchen der Sulfide mit konzentrierter Schwefelsäure und Titration mit Kaliumpermanganat oder Kaliumbromat vorgenommen.

Soweit bisher festgestellt werden konnte, wird zusammen mit dem Antimon auch das gesamte Zinn sowie alles Wismut vom Mangandioxyd adsorbiert, so daß sehr wahrscheinlich neben dem Antimon auch diese beiden Metalle in einem Analysengange bestimmt werden können. Hierüber und auch über weitere Anwendungsmöglichkeiten des Verfahrens sollen noch Untersuchungen vorgenommen werden.

Zusammenfassung.

Das hier geschilderte Verfahren der Antimonbestimmung im Kupfer beruht auf der Eigenschaft einer in salpetersaurer Lösung aus Manganosalz und Kaliumpermanganat erzeugten Fällung von Mangandioxyd, die kolloid gelöste Antimonsäure mit niederzureißen. Wenn man hierbei wie vorgeschrieben arbeitet, so führt dieser Vorgang zu einer vollständigen Abscheidung der Antimonsäure und kann deshalb zur quantitativen Ermittelung des Antimongehaltes verwertet werden. Die Feststellung des Antimongehaltes im Kupfer gelingt auf diesem Wege in weit kürzerer Zeit als nach den bekannten und erprobten Verfahren von Hampe und von Jungfer, ohne ihnen an Genauigkeit nachzustehen.

[1] Györy: Z. analyt. Chem. Bd. 32, S. 415. 1893.

[1] Vgl. Mitt. Chemiker-Fachaussch. Ges. D. Metallhütten- u. Bergleute, Teil I, S. 95/96.

Digitized by Google

Über das Ferrohydroxyd (Eisen-2-hydroxyd).

Von **E. Deiss** und **G. Schikorr**[1].

Die Angaben in der Literatur über die Eigenschaften des reinen Ferrohydroxyds weisen mancherlei Widersprüche auf, deren Ursache in der großen Sauerstoffempfindlichkeit des Körpers zu suchen ist und es fällt oft schwer, das Unzutreffende mancher Angaben zu erkennen. Im folgenden sei einleitend zunächst eine kurze Zusammenstellung der Eigenschaften des Ferrohydroxyds gegeben, die jedoch keinen Anspruch auf Vollständigkeit erheben kann.

Aus reiner, ferrisalzfreier Ferrosalzlösung (Chlorid oder Sulfat) fällt bei sorgfältigem Ausschluß von Sauerstoff durch Ammoniak rein weißes Ferrohydroxyd aus. Form und Verteilung des Niederschlages hängen bis zu einem gewissen Grade von der Konzentration der Ferrosalzlösung ab, aus der er gefällt wird; im ganzen erinnert der Niederschlag in seinem Aussehen an feinflockiges, fast pulvriges Kalzium- oder Magnesiumhydroxyd. Er ist jedenfalls nicht gallertig; in Ätzalkalien ist er nicht löslich, dagegen (bei Gegenwart von Ammoniumsalzen) in Ammoniak. Diese Löslichkeit, die nach Angaben in analytischen Lehrbüchern seit langem bekannt ist, beruht nicht, wie W. Ostwald[2] annahm, auf ähnlichen Vorgängen, wie sie sich zwischen Magnesiumhydroxyd und Ammoniumsalzen abspielen.

Setzt man einer Magnesiumsalzlösung Ammoniumsalz zu, so läßt sich bekanntlich weder durch wenig noch durch viel Ammoniak Magnesiumhydroxyd fällen. Die vorhandenen Ammoniumionen verursachen Verarmung der Lösung an OH-Ionen, so daß das Löslichkeitsprodukt des $Mg(OH)_2$ nicht erreicht wird.

Anders sind die Erscheinungen bei der Fällung des Ferrohydroxyds. Ferrosalzlösungen, auch solche, die Ammoniumsalz enthalten, geben mit geringen Mengen Ammoniak sofort einen Niederschlag von Ferrohydroxyd, der erst bei Zusatz von überschüssigem Ammoniak wieder in Lösung geht, indem sich nach den eingehenden Untersuchungen von Weitz und Müller[3] komplexes Hexamminferrosalz bildet.

Die Löslichkeit des Ferrohydroxyds im reinem Wasser und in Salzlösungen ist zuletzt eingehend von Whitman, Russell und Davis[4] untersucht worden; sie wurde zu $6{,}7 \cdot 10^{-5}$ Molen im Liter festgestellt. Eine gesättigte Lösung des Ferrohydroxyds ist nach ihren Untersuchungen nur zu etwa 30% in Ionen gespalten.

Im folgenden sollen nun einige weitere Eigenschaften des Ferrohydroxyds sowie seines Hydrosols mitgeteilt werden.

A. Das Sol des Ferrohydroxyds.

Im Gegensatz zu dem sehr eingehend untersuchten Ferrihydroxydsol ist das Ferrohydroxydsol bisher gänzlich unbekannt geblieben[1]. Das ist bei einem Oxyd des technisch wichtigsten Metalls seltsam, zumal das Ferrohydroxydsol möglicherweise von Bedeutung für den Rostvorgang ist[2]. Wir bemühten uns, diesem Mangel abzuhelfen.

Zur Darstellung des Ferrohydroxydsols versuchten wir zunächst, Ferrochlorid unter vollständigem Luftausschluß zu dialysieren. Ferrochlorid scheint aber zu wenig hydrolysiert zu sein, denn es ging quantitativ durch die Membran. Eine in der gleichen Versuchsanordnung dialysierte Ferrichloridlösung gab ohne weiteres das bekannte Ferrihydroxydsol.

Es glückte dagegen, ein Ferrohydroxydsol durch Auswaschen von gefälltem Ferrohydroxyd herzustellen.

Die Apparatur.

Wegen der Luftempfindlichkeit des Ferrohydroxyds geschah die Fällung und Reinigung unter Wasserstoff mit Hilfe der in Abb. 1 dargestellten Vakuumapparatur.

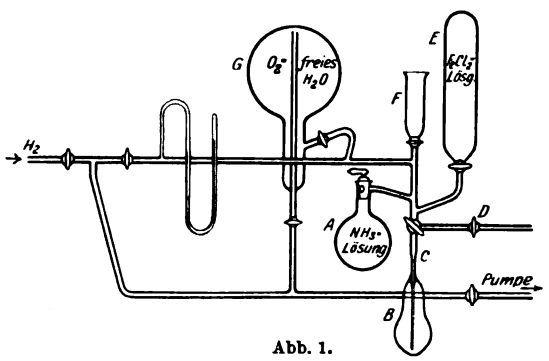


Abb. 1.

Kolben *A* enthielt eine konzentrierte Ammoniaklösung, die durch kurzes Absaugen des überstehenden Gases genügend von Sauerstoff befreit wurde. Der Hahn des Kolbens ist von der Art, wie er bei U-Röhren üblich ist.

Kolben *B* besteht aus starkem Glas. Die eingeschmolzene Röhre ist eine Kapillare und endet 8 mm über dem Boden des Kolbens. Der Kolben dient zum Fällen und Reinigen des Ferrohydroxyds, wie unten beschrieben wird.

Bei *C* befindet sich eine Verengung, so daß hier der Kolben *B* leicht abgeschnitten werden kann.

Bei *D* können der Apparatur neue Reaktionsgefäße angefügt werden.

Kolben *E* enthielt eine völlig ferrisalzfreie Ferrochloridlösung, die folgendermaßen erhalten wurde: Bei *D* wurde ein mit Flußeisenspänen beschickter 1-l-Kolben angeschmolzen, der in Abb. 2 dargestellt ist. In ihn ließen wir vom Trichter *F* der Apparatur aus ausgekochte Salzsäure fließen und saugten den entstehenden Wasser-

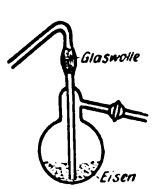


Abb. 2.

[1] Originalarbeit in Ztschr. anorg. u. allg. Chem. 172, (1928) 32.

[2] Ostwald: Grundlinien der anorganischen Chemie, S. 578. Leipzig 1900.

[3] Weitz und Müller: Ber. D. Chem. Ges. Bd. 58, S. 363. 1925.

[4] Whitman, Russell und Davis: J. Am. Chem. Soc. Bd. 47, S. 70. 1925 I.

[1] Cotton und Mouton, die durch Zerstäubung von Eisen nach dem Bredigschen Verfahren ein grünes Sol erhielten (Comptes Rendus Bd. 141, S. 349), hatten zweifellos ein Oxydationsprodukt des Ferrohydroxyds vor sich.

[2] Friend: Trans. Chem. Soc. Bd. 119, S. 932. 1921.

Digitized by Google

stoff ab. Wenn sich das Eisen gelöst hatte, wurde die überschüssige Salzsäure durch Erwärmen und Evakuieren entfernt, das übrigbleibende Ferrochlorid in luftfreiem Wasser gelöst und die konzentrierte Lösung des Ferrochlorids in den evakuierten Kolben *E* gedrückt, wo es für alle Versuche zur Verfügung stand. Das Vakuum über der Lösung wurde mit Wasserstoff gefüllt und der Kolben bei *D* wieder abgeschnitten. (Wir arbeiteten mit Ferrochlorid und nicht etwa mit Ferrosulfat oder Mohrschem Salz, weil es möglich schien, daß Ferrohydroxyd Sulfationen reduzierte, und weil zu erwarten war, daß Ferrohydroxydsol positiv und als solches gegen zweiwertige Anionen viel empfindlicher war als gegen einwertige.)

Kolben *G* faßte 5 l. Er wurde von dem Trichter *F* aus mit destilliertem Wasser gefüllt und durch langdauerndes Evakuieren von Luft befreit, wobei gelegentlich Wasserstoff durchgeleitet wurde. Schließlich wurde das Vakuum vollkommen mit Wasserstoff ausgefüllt.

Der Wasserstoff wurde einem Kippschen Apparat entnommen und zur Reinigung durch Kalilauge und über erhitzten Platinasbest geleitet.

Als Pumpe wurde eine gewöhnliche Wasserstrahlpumpe verwendet, da infolge des stets vorhandenen Wasserdampfdruckes doch kein absolutes Vakuum zu erreichen war.

Die weiteren Einzelheiten gehen aus der Abbildung selbst hervor.

Die Darstellung des Ferrohydroxydsols.

Die Darstellung des Ferrohydroxydsols geschah folgendermaßen: Die Apparatur wurde (bis auf die Kolben *A*, *E* und *G*) evakuiert und mit Wasserstoff ausgespült. Dann ließen wir eine beliebige Menge Ferrochloridlösung in den Kolben *B* laufen und leiteten Ammoniakgas ein, was einfach dadurch geschah, daß der Hahn des Kolbens *A* geöffnet wurde. Das Ferrohydroxyd fiel rein weiß aus. Es war nicht voluminös oder gallertig wie etwa gefälltes Ferrihydroxyd, sondern ziemlich pulverig und setzte sich verhältnismäßig rasch ab. Dem Augenschein nach war es von einem Kalziumhydroxydbrei kaum zu unterscheiden.

Leitet man sehr lange Ammoniak ein, so geht das Ferrohydroxyd wieder in Lösung.

Zur Reinigung des Niederschlages ließen wir den Kolben *B* vollständig voll Wasser laufen und schnitten ihn von der Apparatur bei *C* ab, wobei keine Oxydation zu befürchten war, da die in der Kapillare stehende Wassersäule das Ferrohydroxyd genügend vor Luftzutritt schützte. Das Kölbchen wurde jetzt zentrifugiert, mittels eines Druckschlauches der Apparatur wieder angefügt, das überstehende Wasser abgesaugt, durch neues ersetzt, wieder zentrifugiert usw., bis das Ferrohydroxyd schließlich teilweise in kolloide Lösung ging und sich nicht mehr abschleudern ließ. In der Aufsicht sah das Ferrohydroxydsol weiß aus, in der Durchsicht rötlich opaleszierend. Die erreichten Konzentrationen betrugen bis zu 4 g pro Liter.

Das Fällen des Ferrohydroxyds aus Ferrochloridlösung mit luftfreiem wässerigem Ammoniak erwies sich nicht als zweckmäßig. Wir erhielten zwar auch einen rein weißen Niederschlag. Dieser ergab aber nur ein viel verdünnteres und unbeständigeres Sol als bei der Darstellung mit gasförmigem Ammoniak.

Von den dargestellten Ferrohydroxydsolen war keines länger als 6 Tage haltbar, was wohl mit der verhältnismäßig großen Löslichkeit des Ferrohydroxyds im Wasser zusammenhängt (vgl. Freundlich, Kapillarchemie 1923, S. 572).

Die Lösung des Sols in Salpetersäure gab mit Silbernitrat nur noch eine ganz schwache Trübung.

Flockungsversuche.

Schließlich wurden einige Flockungsversuche durchgeführt.

Wir füllten kleine aus einer Kapillare aufgeblasene Kugeln von etwa 5 ccm Inhalt nach dem Augenmaß zur Hälfte mit Elektrolytlösung und schmolzen sie an ein mehrfaches T-Stück an, so daß ein Gebilde entstand, wie es Abb. 3 veranschaulicht. Dann schmolzen wir das Ganze bei *D* an die Hauptapparatur, bei der sich im Kolben *B* unter Wasserstoff ein Ferrohydroxydsol befand. Wir befreiten die Elektrolytlösungen durch Evakuieren und Nachspülen mit Wasserstoff von Luft, evakuierten wieder und ließen durch Öffnen der entsprechenden Hähne Ferrohydroxydsol in die Kugeln steigen. Die Tabellen 1 und 2 zeigen die Ergebnisse zweier solcher Versuche.

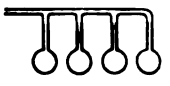


Abb. 3.

Tabelle 1. Konzentration des $Fe(OH)_2$ in den Kölbchen: 0,9 g/l.

Elektrolyt	Endnormalitäten des Elektrolyten	Verhalten des Sols
(reines Wasser)		Das Sol setzte sich im Laufe von 6 Tagen ab
Na_2SO_4	0,0004	Das Sol koagulierte rasch u. völlig
„	0,002	
„	0,01	
NaCl	0,003	Das Sol war 5 Tage beständig
„	0,015	
„	0,03	Das Sol koagulierte im Laufe eines Tages

Tabelle 2. Konzentration des $Fe(OH)_2$: 2,1 g/l.

$MgSO_4$	0,00004	Das Sol flockte nicht aus
„	0,0002	
„	0,001	Das Sol flockte sofort aus

Diese Versuche sind nur halbquantitativ. Immerhin zeigen sie deutlich, daß die Anionen für die Flockung maßgebend sind. Das Ferrohydroxyd bildet also wie die meisten basischen Oxyde und Hydroxyde ein positives Sol.

B. Über die Oxydation des Ferrohydroxyds.

Über die Oxydation des Ferrohydroxyds findet man in der Literatur fast stets nur die rein empirischen Angaben: Je nach den Bedingungen geht das weiße Ferrohydroyxd über „graugrüne, dunkelgrüne und schwärzliche Zwischenstufen in rotbraunes Ferrihydroxyd“ oder in tiefschwarzes „Eisenoxyduloxyd“ über. Von welcher Wichtigkeit die Erforschung dieser Vorgänge ist, geht

Digitized by Google

daraus hervor, daß ganz ähnliche Erscheinungen beim Rostvorgang beobachtet werden.

Mit Hilfe des Ferrohydroxydsols gelang es nun, in die Vorgänge bei der Oxydation des Ferrohydroxyds Einblick zu gewinnen.

Die Erscheinungen bei der Oxydation des Ferrohydroxydsols.

Beim Schütteln des Ferrohydroxydsols an der Luft zeigten sich zunächst ganz die gleichen Erscheinungen wie beim gefällten Ferrohydroxyd. Es entstand über eine grüne Zwischenstufe ein rotgelbes Ferrihydroxyd. Ließ man das Ferrohydroxydsol, ohne es zu schütteln, an der Luft stehen oder kochte man es an der Luft, so bildete sich ganz wie beim gefällten Ferrohydroxyd schwarzes Ferroferrit (Eisenoxyduloxyd), das sich zunächst nicht weiteroxydierte.

In einem neuen Lichte aber erschienen die Oxydationsprodukte des Ferrohydroxyds, wenn seine Oxydation mit ganz wenig Sauerstoff vorgenommen wurde. Ließ man in das auf S. 167 geschilderte Zentrifugierkölbchen, das mit Ferrohydroxydsol nicht ganz gefüllt war, ein Luftbläschen treten, so bildete sich an der Glaswand sofort rotgelbes Ferrihydroxyd, das bei gelegentlichem Umschütteln grün und dann schwarz wurde. Die Erscheinungen zeigen also eine andere Reihenfolge als oben, wo die grüne Stufe zuerst sichtbar wurde.

Stellt man dagegen das Zentrifugierkölbchen nach der Entstehung von ein wenig gelbem Oxyd auf den Kopf, anstatt zu schütteln, so daß das an der Glaswand haftende Ferrihydroxyd dauernd mit Ferrohydroxyd umgeben ist, so bleibt die Reaktion bei dem grünen Oxyd stehen. Dieses läßt sich durch Luft zu Ferrihydroxyd oxydieren, das dann wieder je nach den Bedingungen mit dem übrigen Ferrohydroxyd unter Grün- oder Schwarzfärbung reagieren kann.

Diese Versuche erwecken den Anschein, als ob neben der reinen Oxydation Umsetzungen zwischen Ferrohydroxyd und Ferrihydroxyd stattfinden.

Die Reaktionen zwischen Ferrohydroxydsol und Ferrihydroxydsol.

Daß wirklich das Ferrohydroxyd mit dem Ferrihydroxyd reagieren kann, zeigen die Reaktionen zwischen den Solen der beiden Hydroxyde. Ein durch Dialyse von Ferrichlorid dargestelltes Ferrihydroxydsol, das hellbraun und undurchsichtig war, wurde in einen Kolben von der in Abb. 4 veranschaulichten Form gefüllt. Dieser wurde bei *D* an die Vakuumapparatur mit einem Druckschlauch angefügt und anhaltend evakuiert. In dem Kolben *B* der Apparatur befand sich ein Ferrohydroxydsol unter Wasserstoffdruck. Wurden nun die Hähne entsprechend gestellt, so stieg das Ferrohydroxydsol zu dem Ferrihydroxydsol in den andern Kolben[1]. Dann wurde der Kolben abgeschmolzen.

Abb. 4.

[1] Die Reaktionen zwischen Ferrohydroxydsol und anderen Stoffen unter Luftausschluß wurden immer auf die geschilderte Weise durchgeführt. Diese Versuchsausführung ist gemeint, wenn im folgenden von Reaktionen unter Luftausschluß berichtet wird.

Es zeigte sich nun das Folgende: Anfangs trat als Mischfarbe der beiden Sole ein helles Braun auf, ohne daß die Sole sich gegenseitig ausflockten. Nach einiger Zeit ging die Farbe in Grün über. Der größte Teil der Eisenhydroxyde blieb auch jetzt noch in kolloider Lösung. Die Farbe wurde immer dunkler, um schließlich in Schwarz überzugehen, wobei vollständige Flockung eintrat.

Ließen wir dagegen das Ferrohydroxyd in sehr großem Überschuß wirken, so ging die Reaktion nicht über die grüne Verbindung hinaus. Verwendeten wir sehr unbeständige Sole, die anscheinend aus gröberen Teilchen bestehen, so wurde die grüne Stufe übersprungen. Der hellbraunen Farbe folgten Grau und Schwarz.

Die Erklärung der beobachteten Vorgänge.

Diese Beobachtungen führten zu der folgenden Erklärung der Oxydation des Ferrohydroxyds:

Die eigentliche Oxydation erzeugt immer nur Ferrihydroxyd. Dieses kann aber infolge seiner sauren Eigenschaften[1] mit dem basischen Ferrohydroxyd weiterreagieren[2]. Es bildet sich zunächst aus einem Molekül Ferrohydroxyd und einem Molekül Ferrihydroxyd das grüne basische Ferroferrit, etwa nach der Gleichung

$$Fe(OH)_2 + Fe(OH)_3 = Fe\begin{matrix}\diagup OH \\ \diagdown O{-}Fe(OH)_2\end{matrix} + H_2O,$$

(wobei über den Wassergehalt der Verbindung nichts Bestimmtes ausgesagt sein soll).

Dieses grüne Ferrit kann entweder direkt zu zwei Molekülen Ferrihydroxyd weiteroxydiert werden, oder es bildet sich mit einem weiteren Molekül Ferrihydroxyd „neutrales" Ferroferrit, das bekannte Eisenoxyduloxyd, was etwa geschrieben werden könnte als

$$Fe\begin{matrix}\diagup OH \\ \diagdown O{-}Fe(OH)_2\end{matrix} + Fe(HO)_3 = Fe\begin{matrix}\diagup O{-}Fe(OH)_2 \\ \diagdown O{-}Fe(OH)_2\end{matrix} + H_2O.$$

Welche von diesen Reaktionen eintritt, hängt von den Konzentrationen ab.

Schüttelt man z. B. ein Gefäß mit einer Ferrohydroxydsuspension an der Luft, so ist im Wasser stets genügend Sauerstoff vorhanden, um das sich bildende grüne Ferrit rasch genug zu Ferrihydroxyd zu oxydieren, bevor es mit dem schon vorhandenen Ferrihydroxyd schwarzes Ferrit bilden kann. Läßt man das Gefäß mit der Ferrohydroxydsuspension dagegen, ohne zu schütteln, stehen, so kann der Sauerstoff nur langsam durch das Wasser zu den am Boden befindlichen Hydroxyden diffundieren, und es ist genügend Zeit für die Verbindung von zwei Molekülen Ferrihydroxyd mit einem Molekül Ferrohydroxyd vorhanden, d. h. es entsteht schwarzes Ferrit. Beim Erhitzen gar wird die Reaktionsgeschwindigkeit stark erhöht, während die Sauerstoffzufuhr fast gänzlich zurückgedrängt wird. Auch hier wird sich also schwarzes Ferrit bilden. Weiter läßt sich so auch die seltsam erscheinende Tatsache erklären, daß eine in Wasser in einem Becherglas aufgehängte Eisenplatte rotbraunen Rost ergibt, während Eisenspäne, die unter einer längeren Wassersäule liegen, schwarzen Rost bilden.

[1] Vgl. dazu Haber: Z. Elektrochem. Bd. 7, S. 215, 724. 1901.

[2] Vgl. W. Ostwald: Grundlinien der anorgan. Chemie, S. 577ff. u. 582. 1900.

Digitized by Google

Versuche zur Reindarstellung des grünen Ferrits.

Es wurde nun versucht, den analytischen Nachweis zu erbringen, daß die grüne Verbindung wirklich ein Ferri- auf ein Ferroatom enthält. Die Isolierung dieses Hydroxydes gelang aber nicht reproduzierbar.

Der theoretisch einfachste Weg — Fällung aus Lösungen, die an Ferro- und Ferrisalz äquimolar sind — führte immer zum schwarzen Ferrit. Fällt man aus großem Überschuß an Ferrosalz, so wird der Niederschlag grün. Es gelang aber nicht, das grüne Ferrit von dem mitgefällten Ferrohydroxyd zu befreien.

Wir glaubten dann, zum Ziele zu kommen, wenn wir vor der Fällung der Eisensalzlösung Ammonchlorid zufügten. Wir füllten z. B. den evakuierten Kolben *B* der Apparatur halb mit einer an Ammonchlorid und Ferrochlorid D. Ap. 7 gesättigten Lösung und halb mit wässerigem Ammoniak. Da das genannte Ferrochlorid ziemlich stark mit Ferrosalz verunreinigt ist, entstand ein dunkelgrüner Niederschlag, der nach einiger Zeit heller und körnig wurde; er wurde abgeschleudert, die überstehende Lösung durch gesättigte Ammonchloridlösung ersetzt und das Ganze tüchtig durchgeschüttelt. Dann wurde durch mehrfaches Abschleudern und Behandeln mit sauerstofffreiem Wasser solange gereinigt, bis ein hellgraugrünes milchiges Sol entstand, das gegen weiteres Abschleudern beständig war. Die Analyse ergab immer noch einen großen Überschuß an Ferroeisen über den geforderten Wert. Wir unterwarfen daraufhin das Sol noch einmal einer Behandlung mit Ammonchlorid, das Ferrit wurde aber dabei über Nacht schwarz.

Ganz ähnliche Erscheinungen traten auf, als Ferrohydroxyd unvollständig oxydiert und durch Zentrifugieren gereinigt wurde. Nur war das entstehende Sol schön smaragdgrün durchsichtig und mehr als 3 Monate beständig.

Nur die Reaktion zwischen Ferrohydroxydsol und Ferrihydroxydsol ergab einen bescheidenen Erfolg.

Zu einem luftfreien Ferrihydroxydsol wurde das Zehnfache der berechneten Menge an Ferrohydroxydsol gefügt. Es bildete sich eine beständige kolloide Lösung, die sich nicht ausschleudern ließ. Der Gehalt dieser Lösung an überschüssigem Ferrohydroxyd wurde durch Zugabe von Ammonchlorid in eine wahre Lösung übergeführt; dabei flockte die grüne Verbindung aus. Diese wurde mehrfach mit Ammonchloridlösung nachgewaschen und schließlich zur Hälfte in luftfreier Salzsäure gelöst. Die Analyse ergab das Verhältnis

$$\frac{\text{Ferrieisen}}{\text{Gesamteisen}} = \frac{0{,}28\ n/10\ \text{Thiosulfatlösung}}{0{,}56\ n/10\ \text{Thiosulfatlösung}}.$$

Der Rest des grünen Körpers wurde von Ammonchlorid freigewaschen und ging dabei wieder in kolloide Lösung. Diese wurde gleichfalls mit Salzsäure versetzt, wobei sich zunächst ein Ferrihydroxydsol bildete. Schließlich entstand eine gelbe Lösung, für die das Verhältnis festgestellt wurde:

$$\frac{\text{Ferrieisen}}{\text{Gesamteisen}} = \frac{0{,}44}{0{,}90}.$$

Der wirkliche Beweis, daß die grüne Verbindung das genannte basische Ferrit ist, steht noch aus. Es ist aber wohl recht wahrscheinlich, daß, wenn sich zwei Moleküle $Fe(OH)_3$ und ein Molekül $Fe(OH)_2$ verbinden, eine Zwischenverbindung auftritt, die ein Molekül $Fe(OH)_3$ und ein Molekül $Fe(OH)_2$ enthält, zumal wenn zwischen Anfang und Ende der Reaktion eine Zwischenfarbe erscheint, die nicht ohne weiteres als Mischfarbe der Anfangs- und der Endfarbe erklärt werden kann. Es sind außerdem entsprechende Verbindungen bekannt geworden[1].

Oxydation des Ferrohydroxyds durch chemisch gebundenen Sauerstoff.

Es sei noch kurz auf die Oxydation des Ferrohydroxyds durch chemisch gebundenen Sauerstoff eingegangen. Eine reduzierende Einwirkung des Ferrohydroxyds auf Wasser und in Wasser gelöstes Kohlendioxyd ist nicht erkennbar[2]. In einem zugeschmolzenen evakuierten Gefäß unter Wasser aufbewahrtes Ferrohydroxyd war nach 16 Monate langer Lagerung noch rein weiß.

Desgleichen wurde keine Einwirkung von Magnesiumsulfat und Chromhydroxyd auf das Ferrohydroxyd festgestellt.

Aus Ferrisalz fällt Ferrohydroxyd, besonders kolloides, Ferrihydroxyd und bildet dann mit diesem schwarzes Ferroferrit.

Ammonnitrat, in geringer Menge zu einem Ferrohydroxydniederschlag gefügt, wirkt erst nach einigen Tagen ein. Der Niederschlag wird sehr langsam grün und schließlich im Verlaufe einiger Wochen schwarz[3].

Wasserstoffperoxyd oxydiert das Ferrohydroxydsol rasch zu einem Ferrihydroxydsol.

Zusammenfassung.

1. Ein Ferrohydroxydsol wurde aus einem Ferrohydroxydniederschlag durch mehrfaches Abzentrifugieren und Wiederaufschlämmen mit luftfreiem Wasser hergestellt.

2. Die Koagulationswirkung einiger Salze wurde halbquantitativ bestimmt, wobei sich zeigte, daß die Anionen für die Flockung maßgebend sind. Das Ferrohydroxydsol ist also positiv.

3. Ferrohydroxyd ist befähigt, sich mit Ferrihydroxyd umzusetzen. Es bildet sich dabei nach einer grünen Zwischenverbindung schwarzes Ferroferrit. Die grüne Zwischenverbindung ist wahrscheinlich aus einem Molekül Ferro- und einem Molekül Ferrieisen aufgebaut.

---

[1] Martin (Chemie et Industrie 1924, S. 406; Chem. Zentralbl. 1924 II, S. 1780) stellte Kalziumferrit $CaO \cdot Fe_2O_3$ und „basisches" Kalziumferrit $2\,CaO \cdot Fe_2O_3$ dar. Hilpert (Ber. D. Chem. Ges. Bd. 42, S. 2248. 1909) spricht sogar über hydratisches $2\,FeO \cdot Fe_2O_3$, das sog. Hausersche Eisenoxyd. Es scheint hier aber ein Irrtum vorzuliegen; denn Hauser selbst (Ber. D. Chem. Ges. Bd. 40, S. 1958) gibt die Formel $4\,FeO \cdot Fe_2O_3$ an.

[2] Schmidt (Liebigs Ann. Bd. 36, S. 101), auf dessen Untersuchungen über das Ferrohydroxyd heute noch sehr viele Beschreibungen des Ferrohydroxyds zurückgehen, nimmt an, daß Wasser und auch Kohlendioxyd das Ferrohydroxyd oxydieren. Es dürfte sich bei den entsprechenden Beobachtungen aber wohl um eine Oxydation durch Luftsauerstoff handeln, den man bei der damaligen Versuchstechnik nicht genügend ausschließen konnte.

[3] Baudisch und Meyer (Biochem. Z. Bd. 107, S. 1. 1920) geben an, daß Ferrohydroxyd von Nitraten nicht oxydiert wird. Sie haben aber nur einen Tag lang beobachtet.

Digitized by Google

Symmetriegruppen mit zwei Translationen.

Von **Alfred Burgeni** und **Karl Weissenberg.**

Einleitung.

Der makroskopischen und optisch-mikroskopischen Untersuchung stellen sich die Kristalle als anisotrope homogene Kontinua dar. Nach den bisherigen physikalisch-chemischen Ergebnissen kann jedoch an der diskontinuierlichen Struktur der Materie nicht mehr gezweifelt werden, und es ergibt sich die Frage, wie das Diskontinuum der Kristalle beschaffen sein muß, damit es mit keiner, an sichtbaren Kristallen beobachteten Eigenschaft in Widerspruch steht.

Als streng homogen bezeichnen wir einen Körper, dessen einzelne Punkte voneinander nicht unterschieden werden können. Man erkennt, daß diese Art der Homogenität nur im Kontinuum erfüllt sein kann, denn der diskontinuierliche Charakter bedingt notwendig Inhomogenität. Es kann nun aber ein Diskontinuum so beschaffen sein, daß in drei nichtkomplanaren Richtungen x, y, z translatorisch identische Punkte in stets gleichen Abständen t_x, t_y, t_z aufeinanderfolgen. Durch die Richtungen und Größen x, t_x; y, t_y; z, t_z sind drei Vektoren festgelegt, welche einen Raum der Nichtidentität bestimmen, der sich unendlich häufig wiederholt und so ein Diskontinuum herstellt, welches streng homogen bezüglich des Raumes der Nichtidentität ist. Geben wir den Vektoren Richtungen kürzester, nichtkomplanarer Identitätsabstände, so erkennt man, daß ein Diskontinuum sich makroskopisch und optisch-mikroskopisch als Scheinkontinuum darstellen wird, wenn die Vektoren im Verhältnis zu den Wellenlängen des sichtbaren Lichtes geringe Größen haben. Das ist bei den Kristallen in der Tat der Fall; die röntgenographischen Untersuchungen haben ergeben, daß sie als streng homogene, räumliche Diskontinua aufzufassen sind, deren kürzeste Translationsperioden eine Größenordnung von 10^{-8} cm haben, d. i. ungefähr tausendmal kleiner als die Wellenlängen des sichtbaren Lichtes.

Nun liefert aber der Kristallbau den Schlüssel zur Erforschung der Eigenschaften von Substanzen im festen Aggregatzustand, und es war daher eine überaus wichtige Aufgabe, eine Systematik der räumlichen, streng homogenen Diskontinua aufzustellen. Diese Systematik wurde von Schönfließ (1891) und gleichzeitig unabhängig von Fedorow gegeben und gründet sich auf die Symmetrieeigenschaften der Diskontinua. Danach werden räumlich Diskontinua gleicher Symmetrie zu Gruppen, den sog. Symmetrie- oder Raumgruppen, vereinigt. Die Untersuchung zeigte, daß mit einem streng homogenen Diskontinuum, welches sich nach drei nichtkomplanaren Richtungen ins Unendliche erstreckt, 230 und nur 230 verschiedenartige Raumgruppen verträglich sind.

Allgemein gibt es im Diskontinuum vier verschiedene Kategorien von Symmetriegruppen, je nach der Anzahl von 0, 1, 2, 3 unabhängigen Translationen, welche in ihnen enthalten sind. Sie sollen in der Folge mit Σ_0, Σ_I, Σ_{II}, Σ_{III} bezeichnet werden. Die von Schönfließ und Fedorow abgeleiteten 230 Raumgruppen sind dann identisch mit den Σ_{III}. Dieselben gehen für

$$\lim t_x = \lim t_y = \lim t_z = 0 \cdot$$

in 32 translationslose Punktsymmetriegruppen Σ_0 über, welche identisch mit den 32 Symmetriegruppen der der Kristallklassen sind. Die große Bedeutung, welche den Σ_0 und Σ_{III} zukommt, ist ohne weiteres zu erkennen: Alle Kristalle stellen Diskontinua dar, welche innerhalb der 230 Σ_{III} eingereiht werden können. Die Lage der Partikeln innerhalb einer bestimmten Σ_{III} ist durch die Angabe ihrer Punkt-Symmetriegruppe Σ_0 (bis auf 0, 1, 2, 3 Freiheitsgrade) festgelegt.

Jede Σ_{III} enthält nun eine gewisse Anzahl verschiedenartiger Σ_I und Σ_{II}, deren Angabe von mehr als bloß formaler Bedeutung ist. Insbesondere werden die Σ_I und Σ_{II} bei Diskussion des Kristallhabitus und der Kohäsionseigenschaften heranzuziehen sein[1].

In der nachfolgenden Arbeit soll die vollständige Ableitung sämtlicher möglicher Σ_{II} gegeben werden. Dieselbe wäre prinzipiell nach zwei verschiedenen Gesichtspunkten durchführbar:

1. Es werden alle jene Σ_{II} aufgesucht, in welche jede der Σ_{III} übergeht, wenn man eine Translation gegen Null konvergieren läßt.

2. Die Ableitung der Σ_{II} wird unabhängig von den Σ_{III} durchgeführt, indem eine Geometrie der streng homogenen Diskontinua mit zwei Translationen entwickelt wird.

Wir haben uns für den zweiten Weg entschieden, da er übersichtlicher, instruktiver und keineswegs langwieriger ist als der erste. Man wird dabei analog vorgehen müssen wie bei der Ableitung der Σ_{III}, welche besonders klar und ausführlich in P. Nigglis Buch: Geometrische Kristallographie des Diskontinuums. (Verlag Gebr. Bornträger 1919) dargestellt ist. Begriffe, Gesetzmäßigkeiten und Nomenklaturen, welche für die Σ_{II} und Σ_{III} gleiche Geltung haben, werden im allgemeinen nicht mehr näher erläutert, da sonst der Umfang der Arbeit außerordentlich groß würde. Es sei in allen diesen Fällen auf Nigglis oben erwähntes Buch verwiesen.

Erster Abschnitt.

Die Symmetrieelemente.

Unter den Deck- oder Symmetrietransformationen versteht man alle jene Transformationseigenschaften eines Objektes, welche ein gegebenes Koordinatensystem in alle, bezüglich der Beschreibung des Objektes gleichwertige überführen. Es kann streng bewiesen werden, daß im euklidischen Raum nur solche Transformationen Decktransformationen sein können, die geometrisch als Translation, Drehung oder Spiegelung sowie deren Kombination gedeutet werden können. Man faßt sie unter dem Namen Symmetrieoperati-

[1] Vgl. K. Weißenberg, Z. Physik Bd. 34; Z. Kristallogr. Bd. 62; Chem. Ber. Bd. 59.

Digitized by Google

onen zusammen. Demnach sind folgende Symmetrieoperationen zu unterscheiden:

1. Translation
2. Drehung
3. Spiegelung

} einfache Symmetrieoperationen

4. Translation + Drehung = Schraubung
5. Translation + Spiegelung = Gleitspiegelung
6. Drehung + Spiegelung = Drehspiegelung

} Zusammengesetzte Symmetrieoperationen

Kombinationen von höherer als zweiter Klasse führen zu keinen Ergebnissen, welche nicht auch durch eine der genannten Operationen 1. bis 6. darstellbar wären.

Jedes Objekt, welches eine Decktransformation gestattet, muß auch die beliebig häufige Wiederholung derselben gestatten, welche Potenz der Decktransformation genannt wird. Durch fortgesetztes Potenzieren erhält man eine Gruppe von Decktransformationen, die sog. Potenzgruppe[1].

Diese Überlegungen ermöglichen es, den Begriff Symmetrieelement scharf und eindeutig zu definieren. Jedes Symmetrieelement kennzeichnet eine Potenzgruppe von linearen Decktransformationen.

Drehachsen werden demnach 1, 2, 3, ... n-zählig sein, je nach dem ein Koordinatensystem nach einer Drehung um 2π, $\frac{2\pi}{2}$, $\frac{2\pi}{3}$, ... $\frac{2\pi}{n}$ erstmalig in ein anderes übergeführt wird, hinsichtlich welchem die Beschreibung des Objektes identisch ausfällt. Analoges gilt für Schrauben- und Drehspiegelachsen. Das heißt also: 1, 2, 3, ... n-zählige Achsen sind dadurch gekennzeichnet, daß nach 1., 2., 3., ... n-Potenz der Decktransformation, ein transformiertes Koordinatensystem wieder identisch mit dem ursprünglichen zusammenfällt (wobei die Transformation immer im gleichen Drehsinn auszuüben ist).

Eine Untersuchung, die durchaus gleichartig zu führen ist wie bei den Raumgruppen, zeigt, daß auch in Symmetriegruppen mit zwei Translationen nur 1-, 2-, 3-, 4- und 6zählige Achsen als Symmetrieelemente vorkommen können. Dieses Ergebnis, in Verbindung mit der oben gegebenen Definition, gestattet die Ableitung sämtlicher im Diskontinuum möglicher Symmetrieelemente. Es sind die folgenden:

1. Drehachsen:
   a) Monogonale Drehachse (sie ist der Ausdruck für die Identität);
   b) Digonale Drehachse;
   c) Trigonae Drehachse;
   d) Tetragolnale Drehachse.
   e) Hexagonale Drehachse.
2. Schraubenachsen:
   a) Monogonale Schraubenachse (sie ist identisch mit der Translationskette);
   b) Digonale Schraubenachse;
   c) Trigonale Schraubenachse von linkem Windungssinn (Schraubungskomponente $\frac{\tau}{3}$);
   d) Trigonale Schraubenachse von rechtem Windungssinn (Schraubungskomponente $\frac{\tau}{3}$);
   e) Tetragonale Schraubenachse von linkem Windungssinn (Schraubungskomponente $\frac{\tau}{4}$);
   f) Tetragonale Schraubenachse von rechtem Windungssinn (Schraubungskomponente $\frac{\tau}{4}$);
   g) Hexagonale Schraubenachse von linkem Windungssinn (Schraubungskomponente $\frac{\tau}{6}$);
   h) Hexagonale Schraubenachse von rechtem Windungssinn (Schraubungskomponente $\frac{\tau}{6}$).
3. Spiegelebene.
4. Gleitspiegelebene
   Gleitkomponenten sind $\frac{a}{2}$, $\frac{b}{2}$ oder $\frac{a+b}{2}$, wenn mit a und b die Vektoren kürzester Identitätsperioden der Ebene bezeichnet werden.
5. Drehspiegelachsen:
   a) Monogonale Drehspiegelachse (sie ist identisch mit 3);
   b) Digonale Drehspiegelachse = Inversionszentrum;
   c) Trigonale Drehspiegelachse;
   d) Tetragonale Drehspiegelachse;
   e) Hexagonale Drehspiegelachse.

Man sieht, daß diese Statistik der Symmetrieelemente sich nicht vollständig mit der sonst allgemein angegebenen deckt[1]. Es können nämlich tetragonale Schraubenachsen mit der Schraubungskomponente $\frac{\tau}{2}$ und hexagonale Schraubenachsen mit Schraubungskomponenten $\frac{\tau}{3}$, $\frac{\tau}{2}$ und $\frac{2\tau}{3}$ nicht als Potenzgruppen einer Decktransformation gedeutet werden. So ist z. B. die tetragonale Schraubenachse mit der Schraubungskomponente $\frac{\tau}{2}$ als Kombination einer digonalen Drehachse mit einer digonalen Schraubenachse unter einem Winkel von 0° oder 180° aufzufassen.

Schließlich sei noch bemerkt, daß trigonale und hexagonale Drehspiegelachsen zwar Symmetrieelemente im Sinne obiger Auffassung sind, sie sollen aber in der Folge nicht als selbständige Symmetrieelemente geführt, sondern als Kombinationen einer trigonalen Drehachse mit einer dazu senkrecht stehenden Spiegelebene bzw. einem Inversionszentrum aufgefaßt werden.

Wir wenden uns nunmehr der Frage zu, welche der genannten Symmetrieelemente und in welchen Lagen dieselben mit den Voraussetzungen für die Σ_{II} verträglich sind. Alle jene Fälle sind auszuschließen, bei welchen sich durch Art oder Lage des Symmetrieelementes eine dritte unabhängige Translation einstellt. Die Untersuchung, deren Ergebnis ohne weiteres klar ist, zeigt, daß in Symmetriegruppen mit zwei Translation auftreten können:

1. Drehachsen:
   a) Monogonale Drehachsen in beliebiger Richtung;
   b) Digonale Drehachsen senkrecht oder im Translationsnetz;

[1] Vgl. z. B. Niggli, l. c. S. 30 ff.

[1] Vgl. z. B. Niggli, l. c. S. 25 ff.

Digitized by Google

c) Trigonale Drehachsen
d) Tetragonale Drehachsen
e) Hexagonale Drehachsen
} senkrecht zum Translationsnetz.

2. Schraubenachsen:
   a) Monogonale Schraubenachsen (Translationskette in beliebiger Richtung);
   b) Digonale Schraubenachsen im Translationsnetz.
3. Spiegelebenen.
   Senkrecht oder im Translationsnetz.
4. Gleitspiegelebenen.
   Senkrecht oder im Translationsnetz. Die Gleitkomponenten dürfen nur Richtungen parallel zum Translationsnetz haben.
5. Drehspiegelachsen:
   a) Monogonale Drehspiegelachsen (identisch mit 3);
   b) Digonale Drehspiegelachsen = Inversionszentrum im Translationsnetz;
   c) Trigonale Drehspiegelachsen
   d) Tetragonale Drehspiegelachsen
   e) Hexagonale Drehspiegelachsen
   } senkrecht zum Translationsnetz.

5. c) und 5. e) werden nach S. 172 nicht als Symmetrieelemente geführt.

Zweiter Abschnitt.

Elementare Symmetriegruppen.

In diesem Abschnitt wird die vollständige Ableitung derjenigen Symmetriegruppen Σ_{II} entwickelt, die durch Kombination eines einzelnen Symmetrieelementes mit den beiden Translationen des Diskontinuums entstehen. Sie sollen als elementare Symmetriegruppen bezeichnet werden.

Durch die Wirkung der Translationen entstehen im Diskontinuum zu einem gegebenen Ausgangs-Symmetrieelement eine unendliche Parallelschar identischer Symmetrieelemente, welche voneinander einen endlichen kleinsten Abstand haben. Jede identische Parallelschar bedingt aber außerdem noch Scharen von Symmetrieelementen, die der Ausgangsschar parallel, mit ihr aber nicht identisch sind und deren einzelne Glieder ebenfalls endliche kleinste Abstände voneinander haben. Die Gesamtheit der Parallelscharen, die so entstehen, bezeichnet man als die isomorphe Parallelschar des Symmetrieelementes. Die Ableitung der elementaren Symmetriegruppen ist dann identisch mit der Bestimmung der isomorphen Parallelscharen der einzelnen Symmetrieelemente.

Im vorhergehenden Abschnitt haben wir alle diejenigen Symmetrieelemente nach Art und Lage bestimmt, welche für Symmetriegruppen mit zwei Translationen in Betracht kommen. Zur vollständigen Ableitung der isomorphen Parallelscharen werden wir also die im ersten Abschnitt charakterisierten Symmetrieelemente mit den beiden Translationen des Diskontinuums zu kombinieren haben.

Bezeichnungsweise: Jede Σ_{II} wird in der Folge eindeutig durch ein Klassensymbol und einen Gruppenindex gekennzeichnet. Das Klassensymbol gibt die in kleinen Kurrentbuchstaben geschriebene Symmetriegruppe Σ_0 an, in welche eine Σ_{II} für

$$\lim t_x = \lim t_y = 0$$

übergeht. Der Gruppenindex ermöglicht dann die verschiedenen Σ_{II} zu unterscheiden, welche der gleichen Klasse angehören.

I. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, die einer monogonalen Achse isomorph sind.

Die einzählige Achse beliebiger Richtung ist lediglich Ausdruck für die Identität. Symmetrieelemente sind nur die Translationsketten (dieselben sind im Diskontinuum selbstverständlich und werden in den übrigen Gruppen nicht mehr angegeben). Die beiden Translationsperioden a und b sind ungleichwertig, bilden ein primitives Paar und schließen einen beliebigen Winkel γ ein (Abb. 1). Auch die beiden anderen Achsenwinkel α und β können beliebige Werte annehmen. Gruppensymbol c_1^1.

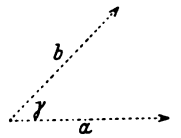


Abb. 1. Translationsbild für c_1^1.

II. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, die einer polaren digonalen Achse isomorph sind.

Je nach der Lage der Ausgangs-Symmetrieelemente sind folgende Fälle zu unterscheiden:

1. Symmetriegruppe c_2^1.

Alle digonalen Achsen sind Drehachsen senkrecht zur Translationsebene. Durch den Punkt A_1 (Abb. 2) gehe senkrecht zur Translationsebene eine polare digonale Drehachse m_1. Sind a und b die beiden kürzesten Perioden, so müssen durch A_2, A_3, A_4 gleichfalls digonale Drehachsen m_2, m_3, m_4 gehen, die mit m_1 identisch sind.

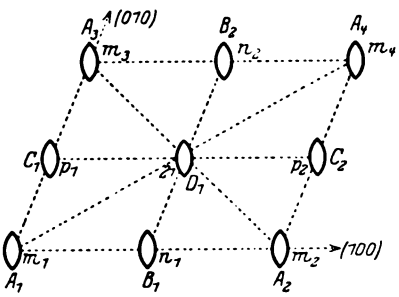


Abb. 2. Symmetrieelem. in c_2^1. Proj. auf $(001)_0$.

Mitten zwischen zwei identischen Achsen ($m_1 m_2$; $m_3 m_4$; $m_1 m_3$; $m_2 m_4$; $m_1 m_4$; $m_2 m_3$) stellen sich, wie man aus Abb. 3 entnehmen kann, weitere, mit m_1 nicht identische digonale Achsen n_1, n_2, p_1, p_2, q_1 ein. Dieselben können nur Drehachsen sein, da Schraubenachsen in dieser Stellung unzulässig sind.

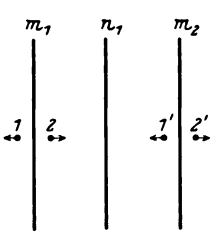


Abb. 3. Bild einer Achsenebene senkrecht zum Translationsnetz. Durch Wirkung der dig. Drehachsen m_1 und m_2 geht 2 aus 1, 2' aus 1' hervor. 2, 1' bzw. 1, 2' sind dann symmetrisch bezüglich einer dig. Drehachse n_1 mitten zwischen m_1 und m_2.

Weitere digonale Achsen können im Parallelogramm $A_1 A_2 A_3 A_4$ nicht auftreten, da vorausgesetzt wurde, daß $\overline{A_1 A_2}$ und $\overline{A_1 A_3}$ die kürzesten Identitätsabstände sind; dann sind aber $\overline{A_1 B_1}$ und $\overline{A_1 C_1}$ die kürzesten, überhaupt möglichen Abstände zwischen digonalen Drehachsen.

Die beiden kürzesten Translationsperioden a und b sind ungleichwertig, bilden ein primitives Paar und schließen einen beliebigen Winkel γ ein (vgl. Abb. 1). Die beiden anderen Achsenwinkel α und β sind 90°.

Symmetrieelemente: Digonale Drehachsen

$[001]_{000}$; $[001]_{\frac{1}{2}00}$; $[001]_{0\frac{1}{2}0}$; $[001]_{\frac{1}{2}\frac{1}{2}0}$.

Digitized by Google

2. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_2^2$.

Alle digonalen Achsen sind Drehachsen, welche in der Translationsebene liegen. Analoge Überlegungen, wie die für $\mathfrak{c}_2^1$ durchgeführten, ergeben, daß mitten zwischen zwei translatorisch identischen digonalen Achsen eine weitere, nichtidentische digonale Achse liegt (Abb. 4). Die Translationsperioden a und b stehen senkrecht aufeinander, und zwar wählen wir a senkrecht, b parallel den digonalen Achsen. Sie bilden ein primitives Paar. Das Netz ist einfach primitiv und rechtwinklig. $\beta =$ beliebig; $\alpha = \gamma = \frac{\pi}{2}$.

Symmetrieelemente: Digonale Drehachsen $[010]_{000}$; $[010]_{\frac{1}{2}00}$.

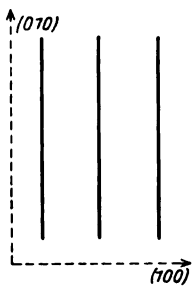


Abb. 4. Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_2^1$. Proj. auf $(001)_0$.

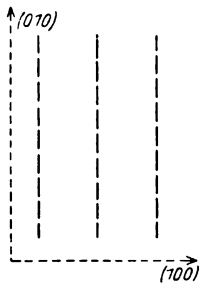


Abb. 5. Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_2^2$. Proj. auf $(001)_0$.

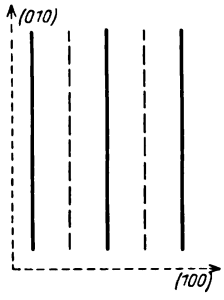


Abb. 6. Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_2^3$. Proj. auf $(001)_0$.

3. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_2^3$.

Alle digonalen Achsen sind Schraubenachsen, welche in der Translationsebene liegen. Die Verhältnisse sind sonst analog wie bei $\mathfrak{c}_2^2$ (Abb. 5).

Symmetrieelemente: Digonale Schraubenachsen $[010]_{000}$; $[010]_{\frac{1}{2}00}$.

4. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_2^4$.

Die digonalen Achsen sind abwechselnd Dreh- und Schraubenachsen und liegen in der Translationsebene. Wir wählen a senkrecht, b parallel den digonalen Achsen. Sie sind ungleichwertig und bilden kein primitives Paar (Abb. 6).

Zwei identische digonale Drehachsen, welche durch eine digonale Schraubenachse voneinander getrennt sind, können durch eine primitive Translation verbunden werden, welche schief zu den Achsenrichtungen a und b steht. Erst die übernächsten identischen Dreh- oder Schraubenachsen liefern mit ihren Fußpunkten auf der Normalebene primitive Translationen. Die primitiven Translationen verlaufen in den Richtungen $[\frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ 0]$; $[\frac{1}{2}\ \bar{\frac{1}{2}}\ 0]$. Das Netz ist daher rhombisch und entsteht aus einem rechteckigen Netz mit den primitiven Translationen a und b, durch Flächenzentrierung. $\beta =$ beliebig; $\alpha = \gamma = \frac{\pi}{2}$.

Symmetrieelemente:
Digonale Drehachsen $[010]_{000}$; $[010]_{\frac{1}{2}00}$;
Digonale Schraubenachsen $[010]_{\frac{1}{4}00}$; $[010]_{\frac{3}{4}00}$.

III. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, die einer polaren trigonalen Achse isomorph sind.

Es sind nur trigonale Drehachsen senkrecht zur Translationsebene zulässig. Ihre isomorphe Schar ist identisch mit der

Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_3^1$.

A_1 sei der Durchstoßpunkt einer polaren trigonalen Drehachse auf der Translationsebene (Abb. 7). Durch B gehe eine weitere trigonale Drehachse, welche von A_1 die kleinstmöglichste Entfernung haben soll. Dann müssen durch A_2 und A_3 gleichfalls trigonale Achsen gehen, welche mit der durch A_1 gehenden identisch sind. Parallel der primitiven Translation $\overline{A_2 A_3}$ verläuft $\overline{A_1 A_4}$. Auch A_4 ist also Durchstoßpunkt einer trigonalen Achse, welche mit der durch A_1 gehenden identisch ist. $A_1 A_3 A_4$ bilden ein gleichseitiges Dreieck: sein Schwerpunkt C ist wie B Durchstoßpunkt einer trigonalen Achse. Sie steht mit der Voraussetzung, daß $\overline{A_1 B}$ die kleinstmögliche Entfernung zwischen trigonalen Achsen sein soll, im Einklang, denn es ist $\overline{BC}\ \overline{A_1 B}\ \overline{A_1 C}\ \overline{A_3 C}\ \overline{A_4 C}$.

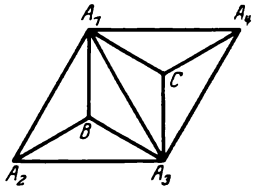


Abb. 7.

Ein primitives Translationspaar wird durch zwei Vektoren dargestellt, welche gleichen absoluten Betrag haben und unter einem Winkel von 60° stehen. Das Netz ist also gleichseitig. Legt man der Beschreibung ein rechtwinkliges Translationspaar a, b zugrunde, so ergibt sich folgendes Bild der Translationen und Symmetrieelemente (Abb. 8).

a und b sind ungleichwertig und verhalten sich wie $1 : \sqrt{3}$. Sie bilden ein doppelt primitives, zentriertes Netz.

Symmetrieelemente: Trigonale Achsen $[001]_{000}$; $[001]_{\frac{1}{3}\frac{2}{3}0}$; $[001]_{\frac{1}{2}00}$; $[001]_{\frac{1}{6}\frac{1}{2}0}$; $[001]_{\frac{1}{2}00}$; $[001]_{\frac{5}{6}\frac{1}{2}0}$.

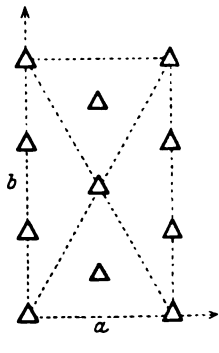


Abb. 8. Symmetrieelement in $\mathfrak{c}_3^1$. Proj. auf $(001)_0$.

IV. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, welche einer polaren, tetragonalen Achse isomorph sind.

Es sind nur tetragonale Drehachsen senkrecht zur Translationsebene zulässig. Ihre isomorphe Schar ist identisch mit der

Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_4^1$.

A_1 sei der Durchstoßpunkt einer polaren tetragonalen Achse auf der Translationsebene (Abb. 9). Durch B gehe eine tetragonale Achse, welche von A_1 kleinstmögliche Entfernung haben soll. B erzeugt in den Punkten $A_2 A_3 A_4$ weitere tetragonale Achsen, welche mit der Achse durch A_1 identisch sind. Da jede tetragonale Drehachse gleichzeitig digonale Achse ist, folgt nach S. 173, daß mitten zwischen zwei identischen tetragonalen Achsen eine digonale Drehachse liegt.

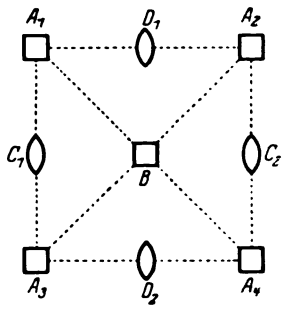


Abb. 9. Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_4^1$. Proj. auf $(001)_0$.

Digitized by Google

Die beiden Translationen a und b sind gleichwertig, stehen senkrecht aufeinander und bilden ein primitives Paar. Das Netz ist quadratisch. $\alpha = \beta = \frac{\pi}{2}$.

Symmetrieelemente:

Tetragonale Drehachsen $[001]_{000}$; $[001]_{\frac{1}{2}\frac{1}{2}0}$.

Digonale Drehachsen $[001]_{\frac{1}{2}00}$; $[001]_{0\frac{1}{2}0}$.

V. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, die einer polaren hexagonalen Achse isomorph sind.

Es sind nur hexagonale Drehachsen senkrecht zur Translationsebene zulässig. Ihre isomorphe Parallelschar ist identisch mit der

Symmetriegruppe $\mathfrak{C}_6^1$.

A_1 sei der Durchstoßpunkt einer polaren hexagonalen Drehachse mit der Translationsebene (Abb. 10). Durch

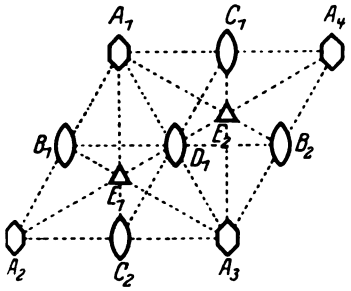


Abb. 10.

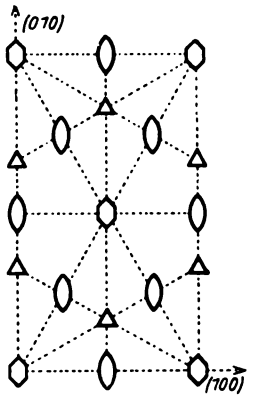


Abb. 11. Bild der Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_6^1$. Proj. auf $(001)_0$.

A_2 gehe eine hexagonale Drehachse, welche von A_1 kleinstmögliche Entfernung haben soll. Dann müssen durch A_3 und A_4 gleichfalls hexagonale Achsen gehen, welche mit der durch A_1 gehenden identisch sind. Die hexagonale Achse mit dem Durchstoßpunkt A_3 hat zur Folge, daß auch A_2 mit A_1 identisch ist. Weitere hexagonale Achsen können nicht auftreten, da vorausgesetzt wurde, daß $\overline{A_1A_2}$ der kleinstmögliche Abstand zwischen hexagonalen Achsen sein soll. Alle hexagonalen Drehachsen sind gleichzeitig digonale und trigonale Drehachsen, daher liegt mitten zwischen je zwei hexagonalen Achsen eine digonale Achse (durch $B_1B_2C_1C_2D_1$), während durch die Schwerpunkte E_1 und E_2 der gleichseitigen Dreiecke $A_1A_2A_3$ und $A_1A_3A_4$ trigonale Achsen gehen müssen.

Netz, Koordinatensystem und Achsenverhältnisse sind analog wie bei der Gruppe $\mathfrak{C}_3^1$. Das Bild der Translation und Symmetrieelemente ergibt sich aus Abb. 11.

Symmetrieelemente:

hexagonale Drehachsen $[001]_{000}$; $[001]_{\frac{1}{2}\frac{1}{2}0}$;

trigonale Drehachsen

$[001]_{\frac{1}{3}00}$; $(001)_{\frac{1}{3}\frac{1}{3}0}$; $[001]_{\frac{2}{3}00}$; $[001]_{\frac{2}{3}\frac{2}{3}0}$;

digonale Drehachsen

$[001]_{\frac{1}{4}00}$; $[001]_{0\frac{1}{4}0}$; $[001]_{\frac{1}{4}\frac{1}{4}0}$; $[001]_{\frac{3}{4}\frac{1}{4}0}$; $[001]_{\frac{1}{4}\frac{3}{4}0}$; $[001]_{\frac{3}{4}\frac{3}{4}0}$.

VI. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, welche einer Spiegelebene isomorph sind.

Je nach der Lage der Ausgangs-Symmetrieelemente sind folgende Fälle zu unterscheiden:

1. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_s^1$.

Die Ausgangs-Spiegelebene fällt mit dem Translationsnetz zusammen. Die isomorphe Parallelschar ist identisch mit der Spiegelebene selber. Beide Translationen a und b sind ungleichwertig, schließen einen beliebigen Winkel γ ein und bilden ein primitives Paar. γ ist beliebig, $\alpha = \beta = \frac{\pi}{2}$.

Symmetrieelemente: Spiegelebene $(001)_0$.

2. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_s^2$

ist eine Gleitspiegelebene, die mit dem Translationsnetz zusammenfällt. Die Verhältnisse sind sonst analog wie bei $\mathfrak{c}_s^1$.

Symmetrieelemente: Gleitspiegelebene $(001)_0$.

3. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_s^3$

ist die isomorphe Schar einer Spiegelebene senkrecht zum Translationsnetz. Mitten zwischen zwei translatorisch identischen Spiegelebenen stellt sich aus Symmetriegründen eine weitere nichtidentische Spiegelebene ein (Abb. 12).

a und b sind ungleichwertig, stehen senkrecht aufeinander und bilden ein primitives Paar. Wir wählen a senkrecht, b parallel den Spiegelebenen. α = beliebig, $\beta = \gamma = \frac{\pi}{2}$. Das Netz ist rechtwinklig.

Symmetrieelemente: Spiegelebenen $(100)_0$; $(100)_{\frac{1}{2}}$.

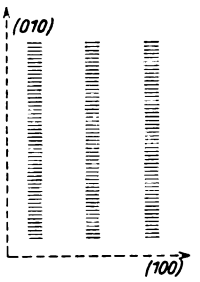


Abb. 12. Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_s^3$. Proj. auf $(001)_0$.

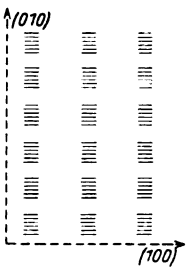


Abb. 13. Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_s^4$. Proj. auf $(001)_0$.

4. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_s^4$

ist die isomorphe Schar einer Gleitspiegelebene senkrecht zum Translationsnetz. Wählt man a senkrecht, b parallel der Gleitspiegelebene, so liegt die Gleitkomponente parallel der Richtung von b. Die Verhältnisse sind sonst analog wie bei $\mathfrak{c}_s^3$ (Abb. 13).

Symmetrieelemente: Gleitspiegelebenen $(100)_0$; $(100)_{\frac{1}{2}}$.

5. Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_s^5$.

Die isomorphe Parallelschar besteht abwechselnd aus Spiegel- und Gleitspiegelebenen in senkrechter Stellung zur Translationsebene (Abbildung 14). Wir wählen a senkrecht, b parallel den Symmetrieebenen. a und b sind ungleichwertig, stehen senkrecht aufeinander und bilden kein primitives Paar. (Das primitive Paar, welches zwei nächste identische Spiegel- bzw. Gleitspiegelebenen verbindet, steht schief zu den Achsenrichtungen.) Das

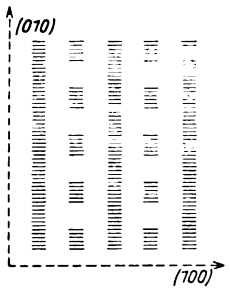


Abb. 14. Bild der Symmetrieelemente in $\mathfrak{c}_s^5$. Proj. auf $(001)_0$.

Digitized by Google

Tabelle 1.

Netz	Symbol	Achsen	Primitives Paar
	$\mathfrak{c}^1_{2h}$	a und b sind ungleichwertig. $\sphericalangle(a,b)=\gamma$ beliebig. $\sphericalangle(a,c)=\beta$ { bel. $=\frac{\pi}{2}$ } $\sphericalangle(b,c)=\alpha$ { bel. im triklinen System; $\frac{\pi}{2}$ im monoklinen System }	100; 010
	$\mathfrak{v}^1_h$	a und b sind ungleichwertig. $\sphericalangle(a,b)=\sphericalangle(a,c)=\frac{\pi}{2}$ $\sphericalangle(b,c)=\alpha$ { bel. im monoklinen System; $\frac{\pi}{2}$ im rhombischen System }	100; 010
	$\mathfrak{v}^{1\,1}_h$	a und b sind ungleichwertig. $\sphericalangle(a,b)=\sphericalangle(a,c)=\frac{\pi}{2}$ $\sphericalangle(b,c)=\alpha$ { bel. im monoklinen System; $\frac{\pi}{2}$ im rhombischen System }	$\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}\,0$; $\bar{\frac{1}{2}}\,\frac{1}{2}\,0$
	$\mathfrak{d}^1_{4h}$	a und b sind gleichwertig. $\lvert a\rvert=\lvert b\rvert$ $\sphericalangle(a,b)=\sphericalangle(a,c)=\sphericalangle(b,c)=\frac{\pi}{2}$	100; 010
	$\mathfrak{d}^1_{6h}$	a und b sind ungleichwertig. $\lvert a\rvert=\frac{b}{\sqrt{3}}$ $\sphericalangle(a,b)=\sphericalangle(a,c)=\sphericalangle(b,c)=\frac{\pi}{2}$	$\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}\,0$; $\bar{\frac{1}{2}}\,\frac{1}{2}\,0$

Tabelle 2.

Σ_{II}		Achsenverhältnis	Achsenwinkeln			Netz	Symmetrieelemente											
K. S.	G. i.	$a:b$	α	β	γ		○		∫	△	□	⬡	‖		‖		•	◇
							[001]	[010]	[010]	[001]	[001]	[001]	(001)	(100)	(001)	(100)	—	[001]
$\mathfrak{c}_1$	1	x	m	n	p	$\mathfrak{c}^1_{2h}$												
$\mathfrak{c}_2$	1	x	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	p	$\mathfrak{c}^1_{2h}$	0 0; $\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}$											
	2	x	$\frac{\pi}{2}$	n	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{v}^1_h$		0 0; $\frac{1}{2}$ 0										
	3	x	$\frac{\pi}{2}$	n	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{v}^1_h$			0 0; $\frac{1}{2}$ 0									
	4	x	$\frac{\pi}{2}$	n	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{v}^{1\,1}_h$		0 0; $\frac{1}{2}$ 0	$\frac{1}{4}$ 0; $\frac{3}{4}$ 0									
$\mathfrak{c}_3$	1	$1:\sqrt{3}$	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{d}^1_{6h}$				0 0; $\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{6}\,\frac{1}{2}$; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\,\frac{1}{2}$								
$\mathfrak{c}_4$	1	1:1	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{d}^1_{4h}$	$\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$				0 0; $\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}$							
$\mathfrak{c}_6$	1	$1:\sqrt{3}$	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{d}^1_{6h}$	$\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$			$\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\,\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{6}\,\frac{1}{2}$		0 0; $\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}$						
$\mathfrak{c}_s$	1	x	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	p	$\mathfrak{c}^1_{2h}$							0					
	2	x	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	p	$\mathfrak{c}^1_{2h}$									0			
	3	x	m	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{v}^1_h$								0; $\frac{1}{2}$				
	4	x	m	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{v}^1_h$										0; $\frac{1}{2}$		
	5	x	m	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{v}^{1\,1}_h$								0; $\frac{1}{2}$		$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$		
$\mathfrak{c}_i$	1	x	m	n	p	$\mathfrak{c}^1_{2h}$										0 0; $\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}$		
$\mathfrak{S}_4$	1	1:1	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\frac{\pi}{2}$	$\mathfrak{d}^1_{4h}$	$\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$											0 0; $\frac{1}{2}\,\frac{1}{2}$

Digitized by Google

Netz ist rhombisch; es entsteht aus einem rechtwinkligen Netz mit dem primitiven Paar a und b durch Zentrierung. α = beliebig, $\beta = \gamma = \frac{\pi}{2}$.

Symmetrieelemente:
Spiegelebenen $(100)_0$; $(100)_{\frac{1}{2}}$.
Gleitspiegelebenen $(100_{\frac{1}{4}})$; $(100)_{\frac{1}{4}}$.

VII. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, die einem Inversionszentrum isomorph sind.

Das Inversionszentrum liegt stets im Translationsnetz. Seine isomorphe Schar ist identisch mit der

Symmetriegruppe c_i^1.

Aus Abb. 15 ist zu entnehmen, daß mitten zwischen zwei translatorisch identischen Inversionszentren Z_1 und Z_2 ein nichtidentisches Inversionszentrum Z_3 liegt. Die isomorphe Parallelschar hat daher die in Abb. 16 gezeichnete Gestalt.

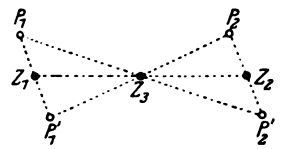


Abb. 15. Durch Wirkung der Symmetriezentren Z_1 und Z_3 wird P_1 in P'_1, P_2 in P'_2 übergeführt. P_1 und P'_2 bzw. P_2 und P'_1 sind dann symmetrisch bezüglich eines Inversionszentrums Z_4 mitten zwischen Z_1 und Z_3.

Die primitiven Translationen sind ungleichwertig α, β, γ = beliebig; Netz beliebig.

Symmetrieelemente:
Inversionszentra
[[000]]; [[$\frac{1}{2}$00]];
[[0$\frac{1}{2}$0]]; [[$\frac{1}{2}\frac{1}{2}$0]].

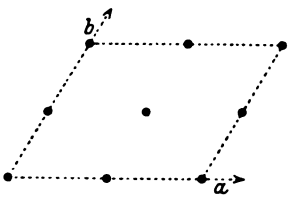


Abb. 16. Bild der Symmetrieelemente in c_i^1. Proj. auf $(001)_0$.

VIII. Symmetriegruppen mit Parallelscharen, die einer tetragonalen Drehspiegelachse isomorph sind.

Die tetragonale Drehspiegelachse kann nur senkrecht zur Translationsebene stehen. Ihre isomorphe Parallelschar ist identisch mit der

Symmetriegruppe $\tilde{s}_4^1$.

Die tetragonale Drehspiegelachse ist gleichzeitig auch digonale Drehachse. Analoge Überlegungen wie die bei Gruppe c_4^1 angestellten ergeben das in Abb. 17 gezeichnete Bild der Symmetrieelemente.

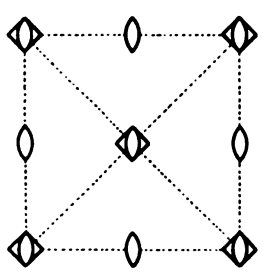


Abb. 17. Symmetrieelemente in $\tilde{s}_4^1$. Proj. auf $(100)_0$.

a und b sind gleichwertig, stehen senkrecht aufeinander und bilden ein primitives Paar.

$\alpha = \beta = \gamma = \frac{\pi}{2}$.

Das Netz ist quadratisch.

Symmetrieelemente:
Tetragonale Drehspiegelachsen $[001]_{000}$; $[001]_{\frac{1}{2}\frac{1}{2}0}$.
Digonale Drehachsen $[001]_{\frac{1}{2}00}$; $[100]_{0\frac{1}{2}0}$.

Das Translationsnetz. Bei der Ableitung der elementaren Symmetriegruppen haben wir fünf Netztypen kennengelernt, welchen auch die im nächsten Abschnitt zu behandelnden kombinierten Symmetriegruppen zugeordnet werden können. Sie entsprechen den 14 Bravaisgittern der Raumgruppen und sind in der Tabelle 1 zusammengestellt und beschrieben.

Eine übersichtliche Zusammenstellung der isomorphen Parallelscharen von Symmetrieelementen gibt die Tabelle 2 auf der vorhergehenden Seite. Erste und zweite Längsspalte enthalten Klassensymbol (K. S.) und Gruppenindex (G. I.) der betreffenden Symmetriegruppen. Die dritte Spalte gibt das Achsenverhältnis $a : b$ an. Ein x in den betreffenden Rubriken bedeutet, daß das Achsenverhältnis beliebige Werte annehmen kann. Durch die Angaben der vierten, fünften und sechsten Spalte sind die Achsenwinkel α, β, γ gekennzeichnet. Haben die Winkel beliebige Werte, so wird dies durch die Buchstaben m, n, p angedeutet. Die siebente Spalte gibt das Netzsymbol an. Die restlichen Spalten enthalten die Aufzählung der Symmetrieelemente nach Art und Lage. Hier wurde ein Schema der Darstellung verwendet, nach welchem auch die Tabellen 4, 5 und 6 gebaut sind: der Tabellenkopf ist in zwei Teile gespalten; oben sind die Symbole der Symmetrieelemente, unten die Richtungen angegeben, in welchen sie auftreten. In den einzelnen Rubriken müssen daher nur mehr die Kennziffern verzeichnet werden, um jedes Symmetrieelement eindeutig festzulegen. Dabei genügt für Symmetrieachsen (Dreh-, Schrauben- und Drehspiegelachsen) die Angabe zweier Zahlen, da die Achsen entweder senkrecht zum Translationsnetzstehen oder in demselben liegen, die Kennziffer der z-Koordinate also immer Null ist.

Symmetrieelemente, welche vollständig in anderen enthalten sind, werden nicht eigens angeführt. So sind z. B. in der Gruppe c_4^1 die digonalen Drehachsen $(001)_{000}$ und $(001)_{\frac{1}{2}\frac{1}{2}0}$ nicht angegeben, da sie stets mit den tetragonalen Achsen gleicher Lage zusammenfallen. Um ihr Vorhandensein aber anzudeuten, wurde im Tabellenkopf in der Rubrik der tetragonalen Achse das Zeichen der digonalen Achse klein hinzugefügt. Analoges gilt für die hexagonale Drehachse und tetragonale Drehspiegelachse.

Dritter Abschnitt.

Kombinierte Symmetriegruppen.

I. Winkel und Abstände zwischen isomorphen Parallelscharen.

Im vorhergehenden Abschnitt haben wir die isomorphen Parallelscharen aufgesucht, die durch Kombination eines einzelnen Symmetrieelementes mit den beiden Translationen des Diskontinuums entstehen. Diese isomorphen Parallelscharen sind die eigentlichen Symmetrieelemente der Σ_{II}. Um zur vollständigen Ableitung aller möglichen Σ_{II} zu gelangen, müssen wir die Gesetzmäßigkeiten auffinden, nach welchen jede einzelne dieser isomorphen Parallelscharen mit sich selbst und den übrigen zu kombinieren ist. Es sind also die Lagen anzugeben, welche die isomorphen Parallelscharen der einzelnen Symmetrieelemente zueinander haben können. Um diese Lagenbeziehung eindeutig anzugeben, führen wir getrennt zwei Untersuchungen durch. Wir fragen uns:

1. nach den Winkeln, welche die isomorphen Parallelscharen miteinander einschließen können;

2. nach den Abständen der Glieder einer Schar von den Gliedern einer zweiten, mit ihr kombinierten Schar.

Digitized by Google

Tabelle 3.

Symmetr. Elemente		○	△	□	◇	⬡	▤
○	*g*	0° 60° 90° 120° 180°					
	u	30° 45° 90°	90°	0° 90° 180°	0° 90° 180°	0° 90° 180°	0° 30° 45° 60° 90° 120° 180°
△	*g*		0° 90°				
	u	90°				0° 180°	0° 90° 180°
□	*g*			0° 180°			
	u	0° 90° 180°			0° 180°		0° 90° 180°
◇	*g*				180°		
	u	0° 90° 180°		0° 180°			0° 90° 180°
⬡	*g*					0° 180°	
	u	0° 90° 180°	0° 180°				0° 90° 180°
▤	*g*						0° 60° 90° 120° 180°
	u	0° 30° 45° 60° 90° 120° 180°	0° 90° 180°	0° 90° 180°	0° 90° 180°		30° 45° 90°

Das Ergebnis beider Untersuchungen wird uns dann gestatten, alle möglichen Σ_{II} abzuleiten und analytisch zu beschrieben.

Winkel zwischen isomorphen Parallelscharen: Die Lagen der isomorphen Parallelscharen zum Translationsnetz sind durch die Ausführungen des vorhergehenden Abschnittes festgelegt. Nur solche Kombinationen sind gestattet, welche keine neuen Lagen bedingen, und es ist zu untersuchen, welche Winkel isomorphe Parallelscharen in den erlaubten Lagen miteinander einschließen können. Diese Untersuchung wird wesentlich vereinfacht, wenn man den Übergang vom Diskontinuum zu Scheinkontinuum vollzieht, indem man beide Translationen gegen Null konvergieren läßt. Dann geht jede isomorphe Parallelschar in je ein translationsloses Symmetrieelement über. (Der Unterschied zwischen Dreh- und Schraubenachsen, zwischen Spiegel- und Gleitspiegelebenen verschwindet, kombinierte Symmetrieelemente müssen sich schneiden.) An den Winkelbeziehungen aber wird durch diese Operation nichts geändert, so daß die translationslosen Symmetrieelemente gleiche Winkel einschließen wie die isomorphen Scharen, aus denen sie entstanden sind. Tabelle 3 gibt die Zusammenstellung der Winkel, welche die translationslosen Symmetrieelemente der gekennzeichneten Lage einschließen können.

Tabelle 4.

Klasse	○							△	□○	△○	▤							•	◇
	[001]	[010]	[100]	[110]	[$\bar{1}$10]	[310]	[3$\bar{1}$0]	[001]	[001]	[001]	(001)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	(130)	(1$\bar{3}$0)	—	[001]
C_1																			
C_2		1																	
C_3								1											
C_4									1										
C_6										1									
D	1	1	1																
D_3		1				1	1	1											
D_4		1	1	1	1				1										
D_6		1	1	1	1	1	1			1									
C_s													1						
C_{2v}	1											1	1						
C_{3v}								1					1			1	1		
C_{4v}									1			1	1	1	1				
C_{6v}										1		1	1	1	1	1	1		
C_{2h}	1										1							1	
C_{3h}								1			1								
C_{4h}									1		1							1	1
C_{6h}										1	1							1	
D_h	1	1	1								1	1	1					1	
D_{3h}		1				1	1	1			1		1			1	1		
D_{4h}		1	1	1	1				1		1	1	1	1	1			1	1
D_{6h}		1	1	1	1	1	1			1	1	1	1	1	1	1	1	1	
C_i																		1	
S_4																			1
C_{3i}								1										1	
D_{3d}		1					1	1	1			1		1	1			1	
D_d				1	1							1	1						1

Digitized by Google

Anmerkung: Die Buchstaben g und u der Tabelle 3 bedeuten, daß die Kombination mit einem gleichwertigen bzw. ungleichwertigen Symmetrieelement vorgenommen wird.

Führt man mit den translationslosen Symmetrieelementen sämtliche mögliche Kombinationen unter den in Tabelle 3 angegebenen Winkeln durch, so erhält man 27 Punkt-Symmetriegruppen Σ_0, die in der Tabelle 4 am Schluß der Abhandlung verzeichnet sind. (Zur Bezeichnung dieser Σ_0 wurde die übliche Symbolik verwendet. Um jedoch den speziellen Zusammenhang mit den Σ_{II} hervorzuheben, wurden kleine Kurrentbuchstaben statt großer Lateinbuchstaben gewählt. Der Tabellenkopf ist nach dem Muster der S. 177 besprochenen Tabelle 2 angefertigt. Ein Einser in den Rubriken bedeutet das Auftreten des betreffenden Symmetrieelementes.)

Eine geeignete Systematik zur Ableitung der Σ_{II} ist dann dadurch gegeben, daß

1. alle diejenigen Σ_{II} nacheinander aufgesucht werden, welche für

$$\lim t_a = \lim t_b = 0$$

in ein und dieselbe Punkt-Symmetriegruppe Σ_0^x übergehen; m. a. W. die Ableitung der Σ_{II} erfolgt klassenweise;

2. die Klassen nach einem Schema geordnet werden, welches die Ableitung der Σ_{II} möglichst erleichtert. Es sind deshalb in Tabelle 4 zunächst alle Klassen Σ_0 aufgezählt, welche nur Drehachsen enthalten, dann folgen die Σ_0 mit Drehachsen und Spiegelebenen und schließlich diejenigen mit Drehspiegelachsen, Drehachsen und Spiegelebenen.

Abstände der Glieder einer isomorphen Schar von den Gliedern einer zweiten, mit ihr kombinierten Schar: Die Abstände müssen immer so beschaffen sein, daß durch die Einzeloperation jedes Gliedes alle anderen Glieder entweder in gleichartige Glieder ihrer eigenen Schar (in sich selbst) oder einer gleichwertigen Schar übergeführt werden. Aus diesem Satz ergeben sich einige wichtige Konsequenzen über die Abstände, welche Glieder kombinierter isomorpher Scharen voneinander haben können:

1. Zwei unter einem Winkel von π/n stehende digonale Achsen, die sich in einem Punkte O schneiden, bedingen eine, auf der Ebene der digonalen Achsen senkrecht stehende n-zählige Drehachse mit dem Durchstoßpunkt A. Die von A auf die digonalen Achsen gefällten Lote treffen dieselben im halben Abstand ihres Schraubungskomponentenbetrages.

2. Gleitspiegelebenen senkrecht zu einer Achsenschar sind nur dann verwendbar, wenn die Abstände zweier, durch Gleitspiegelung ineinander überführbarer Achsen, die Hälfte der primitiven Translation in der Gleitrichtung ist (Niggli l. c. S. 57).

3. Eine auf einer beliebigen Symmetrieebene (Spiegel- oder Gleitspiegelebene) senkrecht stehende digonale Achse bedingt ein Symmetriezentrum, das vom Schnittpunkt um die Hälfte der Gleitungskomponente und die Hälfte der Schraubungskomponente entfernt ist (wie immer im Sinne der Diagonale des von den halben Verschiebungskomponenten gebildeten Rechtecks (Niggli l. c. S. 57).

4. Parallel den Schnittlinien zweier senkrecht aufeinander stehenden Symmetrieebenen liegt im beiderseitigen Abstand der Hälfte der dazu senkrechten Gleitkomponenten eine digonale Achse mit einer Schraubungskomponente entsprechend der Differenz der zur Achse parallelen Gleitkomponenten (bzw. der Teilkomponenten in den ausgezeichneten Richtungen. Niggli l. c. S. 58).

B. Ableitung der kombinierten Symmetriegruppen.

Die Ergebnisse der vorhergehenden Ausführungen gestatten uns nun diejenigen Symmetriegruppen abzuleiten, welche durch Kombinationen isomorpher Parallelscharen entstehen. Für jede Gruppe wird kurz der Weg angegeben, der zu ihrer Ableitung führt. Die Abstände der Symmetrieelemente einer Gruppe ergeben sich aus den Sätzen 1—4 und sind in der Tabelle 6 am Schlusse der Abhandlung in übersichtlicher Weise zusammengestellt; in komplizierteren Fällen wird das Bild der Symmetriegruppe gezeichnet, aus welchem dann die Abstände der Symmetrieelemente direkt abzulesen sind.

I. Symmetriegruppen mit drei aufeinander senkrecht stehenden Scharen digonaler Achsen.

Man erhält diese Gruppen durch Kombination zweier ungleichwertiger Parallelscharen polarer digonaler Achsen, welche aufeinander senkrecht stehen. Die digonale Achsenschar senkrecht zur Translationsebene muß stets den Charakter c_2^1 haben. Nach Satz 1 sind folgende Fälle zu unterscheiden:

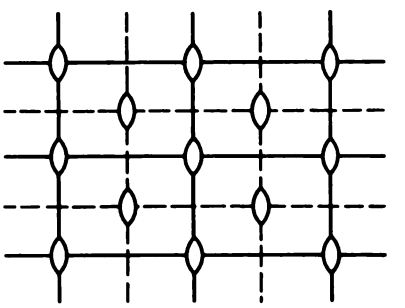


Abb. 18. Gruppe $\mathfrak{v}^4$. Proj. auf (001).

1. Zwei sich schneidende Achsenscharen c_2^1 und c_2^2 erzeugen eine weitere Schar c_2^3 (Gruppe $\mathfrak{v}^1$).

2. Zwei sich kreuzende Achsenscharen c_2^1 und c_2^2 erzeugen eine Schar c_1^3 (Gruppe $\mathfrak{v}^2$).

3. Zwei sich kreuzende Scharen c_2^1 und c_2^3 erzeugen eine weitere Schar c_2^3 (Gruppe $\mathfrak{v}^3$). Schneiden sich c_2^1 und c_2^3, so entsteht wieder $\mathfrak{v}^2$.

4. c_2^1 in Kombination mit c_2^4 erzeugt eine weitere Schar c_2^4 (Gruppe $\mathfrak{v}^4$, s. Abb. 18).

Die zulässigen Kombinationen sind also:

1. $c_2^1 + (1 + 1)\, c_2^2 = \mathfrak{v}^1$
2. $c_2^1 + c_2^2 + c_2^3 = \mathfrak{v}^2$
3. $c_2^1 + (1 + 1)\, c_2^3 = \mathfrak{v}^3$
4. $c_2^1 + (1 + 1)\, c_2^4 = \mathfrak{v}^4$

II. Symmetriegruppen mit einer trigonalen Achsenschar und drei darauf senkrecht stehenden gleichwertigen Scharen polarer digonaler Achsen.

Man erhält diese Gruppen durch Kombination einer trigonalen und einer senkrecht darauf stehenden digonalen Achsenschar. Die digonalen Achsen können nur in sol-

Digitized by Google

chen Richtungen liegen, daß sie identische Punkte und gleichwertige trigonale Achsen ineinander überführen (Abb. 19). Sie gehen daher entweder durch zwei nichtidentische trigonale Achsen hindurch (z. B. Richtung [010]) oder führen nichtidentische, aber gleichartige Achsen ineinander über (z. B. Richtung [100]). Aus der Abbildung ist auch ersichtlich, daß die digonalen Achsenscharen immer den Charakter c_2^4 haben müssen, da erst zwei übernächste identische digonale Achsen durch eine senkrecht zu ihnen stehende primitive Translation verbunden werden können. Danach sind zwei Symmetriegruppen möglich, deren Unterschied nur in der Lage der digonalen Achsen besteht:

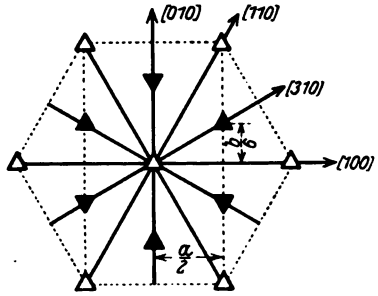


Abb. 19.

1. $c_3^1 + 3\,c_2^4 = b_3^1$
2. $c_3^1 + 3\,c_2^4 = b_3^2$.

III. Symmetriegruppen mit einer tetragonalen und vier darauf senkrecht stehenden digonalen Achsenscharen.

Man erhält diese Gruppen durch Kombination einer tetragonalen und einer senkrecht darauf stehenden digonalen Achsenschar. Je zwei unter einem Winkel von 90° stehende digonale Achsenscharen sind einander

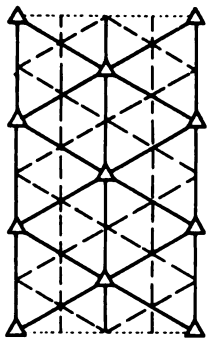


Abb. 20. Gruppe b_4^1.

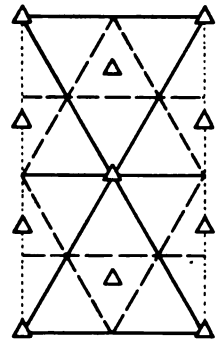


Abb. 21. Gruppe b_4^2.

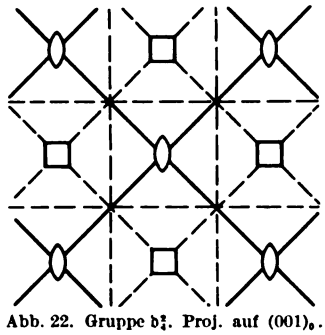


Abb. 22. Gruppe b_4^3. Proj. auf $(001)_e$.

gleichwertig. Von den vier digonalen Achsenscharen müssen zwei gleichwertige stets die Gruppe c_2^1 bilden, da ihr primitives Translationspaar schief zu den Translationen a und b steht. Die beiden anderen gleichwertigen Scharen können Dreh- oder Schraubenachsen sein. Es sind daher zwei Symmetriegruppen möglich:

1. $c_4^1 + c_2^1 + 2\,c_2^2 + 2\,c_2^1 = b_4^1$
2. $c_4^1 + c_2^1 + 2\,c_2^2 + 2\,c_2^1 = b_4^2$

IV. Symmetriegruppen mit einer hexagonalen und sechs senkrecht darauf stehenden digonalen Achsenschar.

Man erhält diese Gruppeu durch Kombination einer hexagonalen und einer senkrecht darauf stehenden digonalen Achsenschar. Je drei digonale Achsenscharen sind einander gleichwertig und können wie in den Gruppen b_3 nur den Charakter c_2^1 haben. Da hier digonale Achsen in den Richtungen (010) und (100) der Abb. 19 gleichzeitig auftreten, ist nur eine einzige Symmetriegruppe möglich.

$$c_6^1 + c_3^1 + c_2^1 + (3+3)\,c_2^1 = b_6^1.$$

V. Symmetriegruppen mit einer polaren digonalen Achsenschar und zwei zu ihr parallelen, senkrecht aufeinander stehenden Scharen von Symmetrieebenen.

Diese Gruppen entstehen durch Kombination einer polaren digonalen Achsenschar mit einer zu ihr parallelen Schar von Symmetrieebenen. Bezeichnen wir mit $\mathfrak{e}_s^2$, $\mathfrak{e}_s^4$ Gleitspiegelebenen mit Gleitrichtungen senkrecht zur digonalen Achsenschar, mit $\mathfrak{k}_s^2$, $\mathfrak{k}_s^4$ und $\mathfrak{r}_s^2$, $\mathfrak{r}_s^4$ Gleitspiegelebenen mit Gleitrichtungen parallel bzw. schief zur Achsenschar, so lassen sich unter Berücksichtigung von Satz 4 S. 179 folgende Kombinationen ausführen:

1. Die digonalen Achsenscharen bilden die Gruppe c_2^1

$$c_2^1 \begin{cases} c_s^3 + c_s^3 = c_{2r}^1, \\ c_s^3 + \mathfrak{e}_s^4 = c_{2r}^2, \\ \mathfrak{e}_s^4 + \mathfrak{e}_s^4 = c_{2r}^3, \\ c_s^5 + c_s^5 = c_{2r}^4, \end{cases}$$

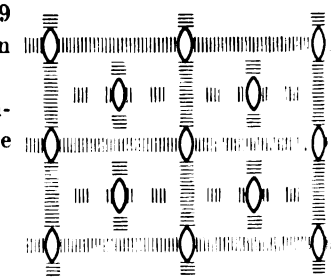


Abb. 23. Gruppe c_{2r}^4. Proj. auf $(001)_e$.

2. Die digonalen Achsenscharen bilden die Gruppe c_2^2

$$c_2^2 \begin{cases} c_s^1 + c_s^3 = c_{2r}^5, \\ \mathfrak{k}_s^2 + \mathfrak{k}_s^4 = c_{2r}^6, \\ \mathfrak{e}_s^2 + c_s^3 = c_{2r}^7, \\ \mathfrak{r}_s^2 + \mathfrak{k}_s^4 = c_{2r}^8, \end{cases}$$

Andere Kombinationen mit c_2^2 sind nicht möglich, da hier c_s^4 nur eine Gleitrichtung parallel den digonalen Achsenscharen haben kann.

3. Die digonalen Achsenscharen bilden die Gruppe c_2^3

$$c_2^3 \begin{cases} c_s^1 + \mathfrak{k}_s^4 = c_{2r}^9, \\ \mathfrak{k}_s^2 + c_s^3 = c_{2r}^{10}, \\ \mathfrak{e}_s^2 + \mathfrak{k}_s^4 = c_{2r}^{11}, \\ \mathfrak{r}_s^2 + c_s^3 = c_{2r}^{12}, \end{cases}$$

4. Die digonalen Achsenscharen bilden die Gruppe c_2^4.

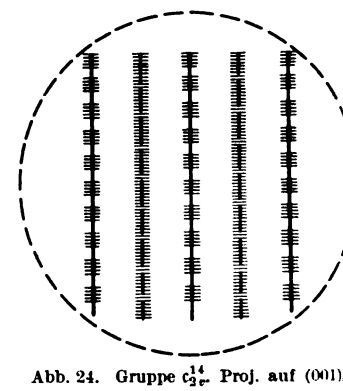


Abb. 24. Gruppe c_{2r}^{14}. Proj. auf $(001)_e$.

Die Symmetrieebene im Translationsnetz ist Spiegel- oder Gleitspiegelebene; die Gleitrichtung kann nur senkrecht zur Achsenschar stehen, da eine Gleitrichtung schräg oder parallel den Achsen, c_2^1 in c_2^2 umwandeln würde.

$$c_2^4 \begin{cases} c_s^1 + c_s^5 = c_{2r}^{13}, \\ \mathfrak{e}_s^3 + c_s^5 = c_{2r}^{14}, \end{cases}$$

Digitized by Google

VI. Symmetriegruppen mit einer polaren trigonalen Achsenschar und drei zu ihr parallelen gleichwertigen Scharen von Symmetrieebenen.

Diese Gruppen entstehen durch Kombination einer polaren trigonalen Achsenschar mit einer parallel zu ihr stehenden Schar von Symmetrieebenen. Hier ist analog wie bei den Gruppen $\mathfrak{d}_3$ zu berücksichtigen, daß zwei verschiedene Fälle auftreten, je nach dem die Symmetrieebenen durch nichtidentische trigonale Achsen hindurchgehen oder nichtidentische, aber gleichwertige Achsen ineinander überführen. Die Symmetrieebenen sind Scharen $\mathfrak{c}_s^5$. Danach treten zwei Symmetriegruppen auf, die sich nur durch die Lage der Scharen $\mathfrak{c}_s^5$ unterscheiden:

1. $\mathfrak{c}_3^1 + 3\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{c}_{3v}^1$
2. $\mathfrak{c}_3^1 + 3\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{c}_{3v}^2$

VII. Symmetriegruppen mit einer polaren tetragonalen Achsenschar und vier zu ihr parallelen Scharen von Symmetrieebenen.

Diese Gruppen entstehen durch Kombination einer polaren tetragonalen Achsenschar mit einer zu ihr parallelen Schar von Symmetrieebenen. Je zwei Scharen von Symmetrieebenen, die unter einem Winkel von 90° stehen, sind einander gleichwertig. Zwei gleichwertige Scharen bilden stets die Gruppe $\mathfrak{c}_s^5$, da ihr primitives Translationspaar schief zu den Achsen a und b steht. Die beiden anderen gleichwertigen Scharen bilden Gruppen $\mathfrak{c}_s^3$ oder $\mathfrak{c}_s^4$. Es bestehen also zwei Kombinationsmöglichkeiten:

1. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_s^3 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{c}_{4v}^1$
2. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_s^4 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{c}_{4v}^2$

(Ersetzt man in Abb. 22 die Dreh- bzw. Schraubenachsen durch Spiegel- bzw. Gleitspiegelebenen, so erhält man das Bild der Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_{4v}^2$. Dadurch werden die in Tabelle 6 angegebenen Koordinatenwerte ohne weiteres verständlich.)

VIII. Symmetriegruppen mit einer polaren hexagonalen Achsenschar und sechs zu ihr parallelen Scharen von Symmetrieebenen.

Diese Gruppen entstehen durch Kombination einer polaren hexagonalen Achsenschar mit einer zu ihr parallelen Schar von Symmetrieebenen. Je drei Scharen von Symmetrieebenen sind einander gleichwertig. Aus analogen Gründen wie bei $\mathfrak{d}_6$ ergibt sich, daß alle Symmetrieebenenscharen Gruppen $\mathfrak{c}_s^5$ bilden müssen und daß nur eine Kombinationsmöglichkeit besteht.

$$\mathfrak{c}_6^1 + \mathfrak{c}_3^1 + \mathfrak{c}_2^1 + (3+3)\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{c}_{6v}^1.$$

IX. Symmetriegruppen mit einer digonalen Achsenschar, einer dazu senkrechten Symmetrieebene und einer Schar von Symmetriezentren.

Diese Symmetriegruppen entstehen durch Kombination einer digonalen Achsenschar mit einer dazu senkrechten Symmetrieebene. (Die Ebene ist identisch mit der Gruppe $\mathfrak{c}_s^1$ bzw. $\mathfrak{c}_s^2$.) Unter Berücksichtigung der Sätze 2 und 3 S. 179 ergeben sich folgende Gruppen:

1. $\mathfrak{c}_2^1 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^1 = \mathfrak{c}_{2h}^1$
2. $\mathfrak{c}_2^1 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^2 = \mathfrak{c}_{2h}^2$
3. $\mathfrak{c}_2^2 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^3 = \mathfrak{c}_{2h}^3$
4. $\mathfrak{c}_2^3 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^3 = \mathfrak{c}_{2h}^4$
5. $\mathfrak{c}_2^2 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^4 = \mathfrak{c}_{2h}^5$
6. $\mathfrak{c}_2^3 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^4 = \mathfrak{c}_{2h}^6$
7. $\mathfrak{c}_2^4 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{c}_{2h}^7$.

Die Gleitrichtung steht immer senkrecht zur Achsenschar.

X. Symmetriegruppen mit einer trigonalen Achsenschar und einer dazu senkrechten Symmetrieebene.

Gleitspiegelebenen $(001)_0$ können nicht auftreten, da die Gleitkomponente aus Symmetriegründen für jede Richtung Null werden muß. Danach ist nur eine Gruppe möglich:

$$\mathfrak{c}_3^1 + \mathfrak{c}_s^1 = \mathfrak{c}_{3h}^1.$$

XI. Symmetriegruppen mit einer tetragonalen Achsenschar, einer dazu senkrechten Symmetrieebene und einer Schar von Symmetriezentren.

Diese Symmetriegruppen entstehen durch Kombination einer tetragonalen Achsenschar mit einer dazu senkrecht stehenden Symmetrieebene. Gleichzeitig bedingt diese Kombination das Auftreten von tetragonalen Drehspiegelachsen. $(001)_0$ kann Spiegel- oder Gleitspiegelebene sein. Danach sind zwei Fälle zu unterscheiden:

1. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + \mathfrak{c}_s^1 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{s}_4^1 = \mathfrak{c}_{4h}^1$
2. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + \mathfrak{c}_s^2 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{s}_4^1 = \mathfrak{c}_{4h}^2$.

Die Gleitrichtung von $\mathfrak{c}_s^2$ ist aus Symmetriegründen parallel den Netzdiagonalen.

Abb. 25 zeigt das Bild der Symmetriegruppe $\mathfrak{c}_{4h}^2$. Die digonalen Drehachsen sind hier gleichzeitig tetragonale Drehspiegelachsen, da durch die Wirkung der Gleitspiegelebene (oder des Symmetriezentrums) eine Konfiguration um die tetragonale Achse $[001]_{000}$ in eine spiegelbildlich gleichartige Konfiguration um die tetragonale Achse $[001]_{\frac{1}{2}\frac{1}{2}0}$ übergeführt wird; das entspricht aber der Symmetrieoperation einer tetragonalen Drehspiegelachse in der gezeichneten Stellung.

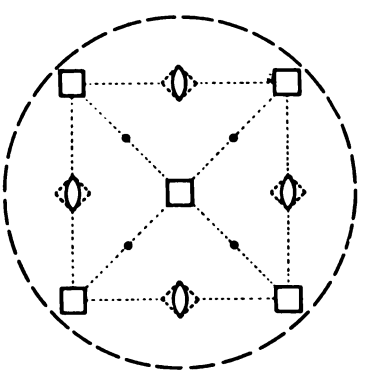


Abb. 25. Gruppe $\mathfrak{c}_{4h}^2$. Proj. auf $(001)_0$.

XII. Symmetriegruppen mit einer hexagonalen Achsenschar, einer dazu senkrechten Symmetrieebene und einer Schar von Symmetriezentren.

Diese Symmetriegruppen entstehen durch Kombination einer hexagonalen Achsenschar mit einer dazu senkrechten Symmetrieebene. Gleitspiegelebenen können aus Symmetriegründen nicht auftreten, da die Gleitkomponente für jede Richtung Null wird; es ist demnach nur eine Symmetriegruppe möglich:

$$\mathfrak{c}_6^1 + \mathfrak{c}_3^1 + \mathfrak{c}_2^1 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{c}_s^1 = \mathfrak{c}_{6h}^1.$$

Digitized by Google

Tabelle 5.

Σ_{II}		c_2									c_4	c_s										c_i	$\mathfrak{s}_4$	Netz
K. S.	G. i.	1	2		3		4				1	1	2	3		4		5				1	1	
		[001]	[010]	[100]	[010]	[100]	[010]	[100]	[110]	[1$\bar{1}$0]	[001]	(001)	(001)	(010)	(100)	(010)	(100)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	—	[001]	
c_1	1																							
c_i	1																					1		c_{2h}^1
c_s	1											1												
	2												1											
	3														1									v_h^1
	4																1							
	5																		1					v_h^{11}
c_2	1	1																						c_{2h}^1
	2		1																					
	3				1																			v_h^1
	4						1																	v_h^{11}
c_{2h}	1	1										1										1		c_{2h}^1
	2	1											1									1		
	3		1											1								1		
	4				1									1								1		v_h^1
	5		1													1						1		
	6				1											1						1		v_h^1
	7						1											1				1		v_h^{11}
c_{2v}	1	1												1	1									v_h^1
	2	1												1			1							
	3	1														1	1							
	4	1																1	1					v_h^{11}
	5		1									1			1									
	6		1										1				1							
	7		1										1		1									
	8		1										1				1							
	9				1							1					1							
	10				1								1		1									
	11				1								1				1							
	12				1								1		1									
	13						1					1							1						v_h^{11}
	14						1						1						1					
v	1	1	1	1																				v_h^1
	2	1	1			1																		
	3	1			1	1																		
	4	1					1	1																v_h^{11}
v_h	1	1	1	1								1		1	1							1		v_h^1
	2	1	1	1									1	1			1					1		
	3	1	1	1									1			1	1					1		
	4	1		1	1							1		1			1					1		
	5	1		1	1								1			1	1					1		
	6	1		1	1								1	1	1							1		
	7	1		1	1								1		1	1						1		
	8	1			1	1						1				1	1					1		
	9	1			1	1							1	1			1					1		
	10	1			1	1							1	1	1							1		
	11	1					1	1				1						1	1			1		v_h^{11}
	12	1					1	1					1					1	1			1		
$\mathfrak{s}_4$	1	1																					1	
v_d	1	1	1	1																1	1		1	
	2	1			1	1														1	1		1	
	3	1							1	1				1	1								1	
	4	1							1	1						1	1						1	
c_4	1	1									1													
c_{4v}	1	1									1			1	1					1	1			
	2	1									1					1	1			1	1			v_{4h}^1
c_{4h}	1	1									1	1										1	1	
	2	1									1		1									1	1	
v_1	1	1	1	1					1	1	1													
	2	1			1	1			1	1	1													
	1	1	1	1					1	1	1	1		1	1					1	1	1	1	
	2	1	1	1					1	1	1		1			1	1			1	1	1	1	
	3	1			1	1			1	1	1	1				1	1			1	1	1	1	
		1			1	1			1	1	1		1	1	1	1				1	1	1	1	

Digitized by Google

Tabelle 5 (Fortsetzung).

Σ_{II}		c_3							c_3	c_6	c_7							c_1	Netz
K. S.	G. i.	1	4						1	1	1	5						1	
		[001]	[010]	[100]	[110]	[$\bar{1}$10]	[310]	[$\bar{3}$10]	[001]	[001]	(001)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	(130)	(1$\bar{3}$0)	—	
c_3	1								1										
c_{3i}	1								1									1	
c_{3v}	1								1				1			1	1		
	2								1			1		1	1				
b_3	1		1				1	1	1										
	2			1	1	1			1										
b_{3d}	1		1				1	1	1			1		1	1			1	
	2			1	1	1			1				1			1	1	1	
c_{3h}	1								1		1								b^1_{6h}
b_{3h}	1		1				1	1	1		1		1			1	1		
	2			1	1	1			1		1	1		1	1				
c_6	1	1							1	1									
c_{6v}	1	1							1	1		1	1	1	1	1	1		
c_{6h}	1	1							1	1	1							1	
b_6	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1									
b_{6h}	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	

XIII. Symmetriegruppen mit drei aufeinander senkrecht stehenden ungleichwertigen digonalen Achsenscharen, zwei ungleichwertigen Scharen von Symmetrieebenen, einer einzelnen Symmetrieebene und einer Schar von Symmetriezentren.

Diese Symmetriegruppen entstehen aus den Gruppen $\mathfrak{v}$ durch Kombination mit einer Symmetrieebenenschar (bzw. einer einzelnen Symmetrieebene), welche parallel zu einer und senkrecht zu einer zweiten digonalen Achsenschar steht. Eine digonale Achsenschar (senkrecht zum Translationsnetz) muß stets die Gruppe c_2^1 bilden, die beiden anderen können c_2^2, c_2^3 und c_2^4 sein. Die Symmetrieebenen sind Spiegel- oder Gleitspiegelebenen. Unter Berücksichtigung der Sätze 1, 2, 3, 4, S. 179 und der Ableitungen der Gruppen $\mathfrak{v}$, c_{2v}, c_{2h} ergeben sich folgende Kombinationsmöglichkeiten:

1. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^2 + c_i^1 + c^1 + (1+1)\,c^3 = \mathfrak{v}_h^1$

2. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^2 + c_i^1 + c_s^2 + c_s^3 + c_s^4 = \mathfrak{v}_h^2$.

Gleitrichtung von c_s^2 parallel der a- und b-Achse.

3. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^2 + c_i^1 + c_s^2 + (1+1)\,c_s^4 = \mathfrak{v}_h^3$.

Gleitrichtung von c_s^2 parallel der Diagonale beider Achsen.

4. $c_2^1 + c_2^2 + c_2^3 + c_i^1 + c_s^1 + c_s^3 + c_s^4 = \mathfrak{v}_h^4$

5. $c_2^1 + c_2^2 + c_2^3 + c_i^1 + c_s^2 + (1+1)\,c_s^4 = \mathfrak{v}_h^5$

Gleitrichtung von c_s^2 senkrecht zur Schraubenachse.

6. $c_2^1 + c_2^2 + c_2^3 + c_i^1 + c_s^2 + (1+1)\,c_s^3 = \mathfrak{v}_h^6$

Gleitrichtung von c_s^2 parallel zur Schraubenachse.

7. $c_2^1 + c_2^2 + c_2^3 + c_i^1 + c_s^2 + c_s^3 + c_s^4 = \mathfrak{v}_h^7$

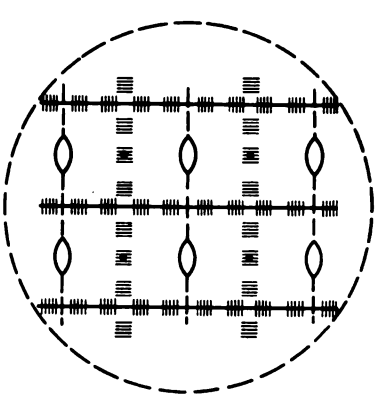


Abb. 26. Gruppe $\mathfrak{v}_h^5$. Proj. auf $(001)_o$.

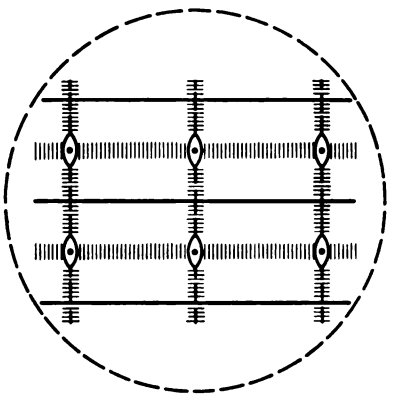


Abb. 27. Gruppe $\mathfrak{v}_h^6$. Proj. auf $(001)_o$.

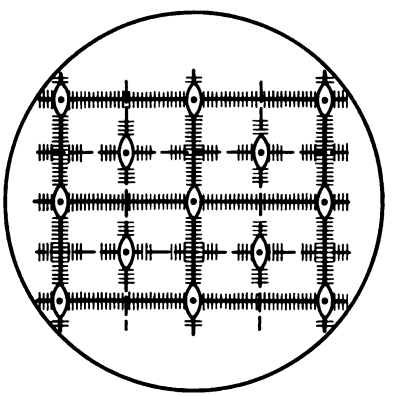


Abb. 28. Gruppe $\mathfrak{v}_h^{11}$. Proj. auf $(001)_o$.

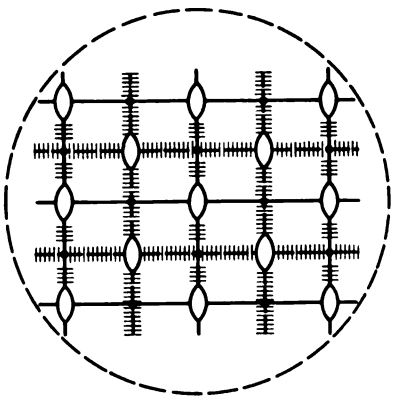


Abb. 29. Gruppe $\mathfrak{v}_h^{12}$. Proj. auf $(001)_o$.

Gleitrichtung von c_s^2 parallel der Diagonale beider Achsen.

8. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^3 + c_i^1 + c_s^1 + (1+1)\,c_s^4 = \mathfrak{v}_h^8$

9. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^3 + c_i^1 + c_s^2 + c_s^3 + c_s^4 = \mathfrak{v}_h^9$

Gleitrichtung von c_s^2 parallel einer Schraubenachse.

10. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^3 + c_i^1 + c_s^2 + (1+1)c_s^4 = \mathfrak{v}_h^{10}$

Gleitrichtung von c_s^2 parallel der Diagonale beider Achsen.

11. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^4 + c_i^1 + c_s^1 + (1+1)\,c_s^3 = \mathfrak{v}_h^{11}$

12. $c_2^1 + (1+1)\,c_2^4 + c_i^1 + c_s^2 + (1+1)\,c_s^3 = \mathfrak{v}_h^{12}$

Gleitrichtung von c_s^2 parallel der a- und b-Achse.

Digitized by Google

Tabelle 6.

Σ_{II}		○					∫				□										•	◇
K. S.	G. i.	[001]	[010]	[100]	[110]	[110]	[010]	[100]	[110]	[1$\bar{1}$0]	[001]	(001)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	(001)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	—	[001]
c_1	1																						
c_i	1																					0 0; ½ 0 0 ½; ½ ½	
	1											0											
	2																0						
c_i	3													0; ½									
	4																		0; ½ ¼; ¾				
	5													0; ½									
	1	0 0; ½ 0 0 ½; ½ ½																					
	2		0 0; ½ 0																				
c_2	3						0 0; ½ 0																
	4		0 0; ½ 0				¼ 0; ¾ 0;																
	1	0 0; ½ 0 0 ½; ½ ½										0										0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½	
	2	0 0; ½ 0 0 ½; ½ ½															0					¼ 0; ¾ 0; ¼ ¼; ¾ ¼	
	3		0 0; ½ 0										0; ½									0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½	
	4	•					0 0; 0 ½;						0; ½									0 ¼; 0 ¾; ½ ¼; ½ ¾	
c_{2h}	5		0 0; ½ 0															0; ½				¼ 0; ¾ 0 ¼ ¼; ¾ ¼;	
	6						0 0; ½ 0											0; ½				¼ ¼; ¾ ¾; ¾ ¼; ¼ ¾	
	7		0 0; ½ 0				¼ 0; ¾ 0						0; ½					¼; ¾				0 0; ½ ½; ½ 0; 0 ½; ¼ ¼; ¾ ¼; ¾ ¼; ¾ ¾	
	1	0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½											0; ½	0; ½									
	2	0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½											¼; ¾						0; ½				
	3	0 0; ½ 0; 0 ¼; ¼ ¼																¼; ¾	¼; ¾				

Digitized by Google

Digitized by Google

Tabelle 6 (Fortsetzung).

Σ_{II}		0					∫				□ 0											•	◇ 0
K. S.	G. I.	[001]	[010]	[100]	[110]	[1$\bar{1}$0]	[010]	[100]	[110]	[1$\bar{1}$0]	[001]	(001)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	(001)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	—	[001]
$\mathfrak{v}_h$	11	0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½; ¼ ¼; ¾ ¼; ¼ ¾; ¾ ¾	0 0; ½ 0	0 0; 0 ½			¼ 0; ¾ 0	0 ¼; 0 ¾				0	0; ½	0; ½				¼; ¾	¼; ¾			0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½; ¼ ¼; ¾ ¼; ¼ ¾; ¾ ¾	
	12	0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½; ¼ ¼; ¾ ¼; ¼ ¾; ¾ ¾											¼; ¾	¼; ½			0	0; ½	0; ½			¼ 0; ¾ 0; ¾ ½; ¼ ½; 0 ¼; 0 ¾; ½ ¾; ½ ¼	
$\mathfrak{z}_4$	1	½ 0; 0 ½																					0 0; ½ ½
$\mathfrak{v}_d$	1	½ 0; 0 ½	0 0; ½ 0	0 0; 0 ½											0	0				½	½		0 0; ½ ½
	2	½ 0; 0 ½					¼ 0; ¾ 0	0 ¼; 0 ¾							½	½				0	0		0 0; ½ ½
	3	½ 0; 0 ½			0 0	0 0			½ 0	½ 0			0; ½	0; ½									0 0; ½ ½
	4	½ 0; 0 ½			½ 0	½ 0			0 0	0 0								¼; ¾	¼; ¾				0 0; ½ ½
$\mathfrak{c}_4$	1	½ 0; 0 ½									0 0; ½ ½												
$\mathfrak{c}_{4v}$	1	½ 0; 0 ½									0 0; ½ ½		0; ½	0; ½	0	0				½	½		
	2	½ 0; 0 ½									0 0; ½ ½				½	½		¼; ¾	¼; ¾	0	0		
$\mathfrak{c}_{4h}$	1	½ 0; 0 ½									0 0; ½ ½	0										0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½	0 0; ½ ½
	2										0 0; ½ ½						0					¼ ¼; ¾ ¼; ¼ ¾; ¾ ¾	½ 0; 0 ½
$\mathfrak{d}_4$	1	½ 0; 0 ½	0 0; ½ 0	0 0; 0 ½	0 0	0 0			½ 0	½ 0	0 0; ½ ½												
	2	½ 0; 0 ½			½ 0	½ 0	¼ 0; ¾ 0	0 ¼; 0 ¾	0 0	0 0	0 0; ½ ½												
$\mathfrak{d}_{4h}$	1	½ 0; 0 ½	0 0; ½ 0	0 0; 0 ½	0 0	0 0			½ 0	½ 0	0 0; ½ ½	0	0; ½	0; ½	0	0				½	½	0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½	0 0; ½ ½
	2		0 0; ½ 0	0 0; 0 ½	0 0	0 0			½ 0	½ 0	0 0; ½ ½				½	½	0	¼; ¾	¼; ¾	0	0	¼ ¼; ¾ ¾; ¼ ¾; ¾ ¾	½ 0; 0 ½
	3	½ 0; 0 ½			½ 0	½ 0	¼ 0; ¾ 0	0 ¼; 0 ¾	0 0	0 0	0 0; ½ ½	0			½	½		¼; ¾	¼; ¾	0	0	0 0; ½ 0; 0 ½; ½ ½	0 0; ½ ½
	4				½ 0	½ 0	¼ 0; ¾ 0	0 ¼; 0 ¾	0 0	0 0	0 0; ½ ½		0; ½	0; ½	0	0	0			½	½	¼ ¼; ¾ ¾; ¼ ¾; ¾ ¾	½ 0; 0 ½

(Fortsetzung der Tabelle 6 auf S. 188.)

Digitized by Google

XIV. Symmetriegruppen mit einer trigonalen Achsenschar, drei darauf senkrecht stehenden Scharen gleichwertiger polarer digonaler Achsen, drei gleichwertigen Scharen von Symmetrieebenen und einer einzelnen Symmetrieebene.

Diese Symmetriegruppen entstehen aus den Gruppen $\mathfrak{d}_3$ durch Kombination mit einer Schar von Symmetrieebenen parallel einer digonalen und der trigonalen Achsenschar (oder durch Kombination mit der einzelnen Symmetrieebene senkrecht zur trigonalen Achsenschar). Unter Berücksichtigung des für die Gruppen $\mathfrak{d}_3$, $\mathfrak{c}_{3v}$ und $\mathfrak{c}_{3h}$ Gesagten ergeben sich je nach der Lage der Symmetrieelemente folgende Fälle:

1. $\mathfrak{c}_3^1 + 3\,\mathfrak{c}_2^1 + \mathfrak{c}_s^1 + 3\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{d}_{3h}^1$
2. $\mathfrak{c}_3^1 + 3\,\mathfrak{c}_2^1 + \mathfrak{c}_i^1 + 3\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{d}_{3h}^2$

XV. Symmetriegruppen mit einer tetragonalen Achsenschar, 2+2 darauf senkrecht stehenden Scharen digonaler Achsen, 2 + 2 Scharen von Symmetrieebenen, einer einzelnen Symmetrieebene und einer Schar von Symmetriezentren.

Diese Symmetriegruppen können aus den Gruppen $\mathfrak{d}_4$ abgeleitet werden, indem man dieselben z. B. mit einer Symmetrieebenenschar parallel der tetragonalen und einer digonalen Achsenschar kombiniert oder eine einzelne Symmetrieebene senkrecht zur tetragonalen Achsenschar hinzufügt. Für letzteren Fall kann folgendes Kombinationsschema aufgestellt werden:

$$\mathfrak{d}_4^1 \begin{cases} \mathfrak{c}_s^1 = \mathfrak{d}_{4h}^1 \\ \mathfrak{c}_s^2 = \mathfrak{d}_{4h}^2 \end{cases}$$

$$\mathfrak{d}_4^2 \begin{cases} \mathfrak{c}_s^1 = \mathfrak{d}_{4h}^3 \\ \mathfrak{c}_s^2 = \mathfrak{d}_{4h}^4 \end{cases}$$

Die Gleitrichtung von $\mathfrak{c}_s^2$ ist aus Symmetriegründen stets parallel den Achsendiagonalen:

1. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^2 + 2\,\mathfrak{c}_2^4 + \mathfrak{c}_s^1 + 2\,\mathfrak{c}_s^3 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{s}_4^1 = \mathfrak{d}_{4h}^1$
2. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^2 + 2\,\mathfrak{c}_2^4 + \mathfrak{c}_s^2 + 2\,\mathfrak{c}_s^4 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{s}_4^1 = \mathfrak{d}_{4h}^2$
3. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^3 + 2\,\mathfrak{c}_2^4 + \mathfrak{c}_s^1 + 2\,\mathfrak{c}_s^4 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{s}_4^1 = \mathfrak{d}_{4h}^3$
4. $\mathfrak{c}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^3 + 2\,\mathfrak{c}_2^4 + \mathfrak{c}_s^2 + 2\,\mathfrak{c}_s^3 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 + \mathfrak{c}_i^1 + \mathfrak{s}_4^1 = \mathfrak{d}_{4h}^4$

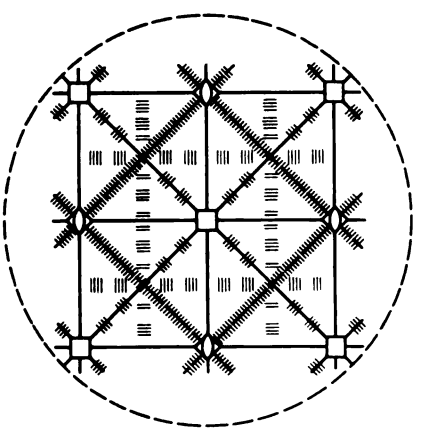


Abb. 30. Gruppe $\mathfrak{d}_{4h}^2$. Proj. auf $(001)_0$.

XVI. Symmetriegruppen mit einer hexagonalen Achsenschar, 3 + 3 darauf senkrecht stehenden Scharen digonaler Achsen, 3 + 3 Scharen von Symmetrieebenen, einer einzelnen Symmetrieebene und einer Schar von Symmetriezentren.

Diese Symmetriegruppen entstehen aus den Gruppen $\mathfrak{d}_6$ z. B. durch Kombination mit einer Schar von Symmetrieebenen parallel der hexagonalen und einer digonalen Achsenschar (oder durch Kombination mit der einzelnen Symmetrieebene senkrecht zur tetragonalen Achsenschar). Unter Berücksichtigung des für die Gruppen $\mathfrak{d}_6$, $\mathfrak{c}_{6v}$ und $\mathfrak{c}_{6h}$ Gesagten ergibt sich, daß nur eine einzige Kombinationsmöglichkeit besteht:

$$\mathfrak{c}_6^1 + \mathfrak{c}_3^1 + \mathfrak{c}_2^1 + (3+3)\,\mathfrak{c}_2^4 + \mathfrak{c}_s^1 + (3+3)\,\mathfrak{c}_s^5 + \mathfrak{c}_i^1 = \mathfrak{d}_{6h}^1$$

XVII. Symmetriegruppen mit einer tetragonalen Drehspiegelachsenschar, zwei dazu parallelen gleichwertigen Symmetrieebenenscharen und zwei gleichwertigen Scharen digonaler Achsen.

Diese Symmetriegruppen entstehen z. B. durch Kombination von $\mathfrak{s}_4^1$ mit einer dazu senkrecht stehenden Schar digonaler Achsen. Gleichzeitig stellen sich Scharen von Symmetrieebenen ein, welche die Winkel zwischen gleichwertigen digonalen Achsen halbieren. Die digonalen Achsen können in Richtung primitiver Translationen liegen und Dreh- oder Schraubenachsen sein; dann treten die Symmetrieebenen als Gruppen $\mathfrak{c}_s^5$ auf. Es können aber auch die Symmetrieebenen in Richtung primitiver Translationen liegen und Spiegel- oder Gleitspiegelebenen sein; dann treten die digonalen Achsen als Gruppen $\mathfrak{c}_2^4$ auf. Danach sind vier Kombinationsmöglichkeiten zu unterscheiden:

1. $\mathfrak{s}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^2 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{v}_d^1$
2. $\mathfrak{s}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^3 + 2\,\mathfrak{c}_s^5 = \mathfrak{v}_d^2$
3. $\mathfrak{s}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^4 + 2\,\mathfrak{c}_s^3 = \mathfrak{v}_d^3$
4. $\mathfrak{s}_4^1 + \mathfrak{c}_2^1 + 2\,\mathfrak{c}_2^4 + 2\,\mathfrak{c}_s^4 = \mathfrak{v}_d^4$

XVIII. Symmetriegruppen mit einer Schar hexagonaler Drehspiegelachsen.

Diese Symmetriegruppen entstehen durch Kombination einer trigonalen Achsenschar mit einer Schar von Symmetriezentren. Ohne weiteres ergibt sich aus der Ableitung der Gruppen $\mathfrak{c}_3^1$ und $\mathfrak{c}_i^1$, daß nur eine Gruppe auftreten kann:

$$\mathfrak{c}_3^1 + \mathfrak{c}_i^1 = \mathfrak{c}_{3i}^1.$$

XIX. Symmetriegruppen mit einer hexagonalen Drehspiegelachsenschar, drei dazu parallelen Scharen gleichwertiger Symmetrieebenen, drei gleichwertigen Scharen digonaler Achsen und einer Schar von Symmetriezentren.

Diese Symmetriegruppen entstehen aus den Gruppen $\mathfrak{c}_{3i}$ durch Hinzufügen einer digonalen Achsenschar senkrecht zur Drehspiegelachsenschar. Dadurch entstehen Scharen von Symmetrieebenen, welche den Winkel zwischen zwei gleichwertigen digonalen Achsenscharen halbieren. Analog wie bei den Gruppen der Klassen $\mathfrak{d}_3$ und $\mathfrak{c}_{3v}$ sind je nach der Lage der digonalen Achsen (bzw. Symmetrieebenen) zwei Gruppen zu unterscheiden:

1. $\mathfrak{c}_3^1 + 3\,\mathfrak{c}_2^1 + 3\,\mathfrak{c}_s^5 + \mathfrak{c}_i^1 = \mathfrak{d}_{3d}^1$
2. $\mathfrak{c}_3^1 + 3\,\mathfrak{c}_2^4 + 3\,\mathfrak{c}_s^5 + \mathfrak{c}_i^1 = \mathfrak{d}_{3d}^2$.

Damit ist die vollständige Ableitung der Symmetriegruppen mit zwei Translationen gegeben. Ihre analytische Beschreibung ist in den beiden Haupttabellen 5 und 6 zusammengefaßt.

Aus Tabelle 5 entnimmt man die isomorphen Parallelscharen, welche jede einzelne Symmetrie-

Digitized by Google

Tabelle 6

Σ_{II}		0							∫					
K. S.	G. I.	[001]	[010]	[100]	[110]	[110]	[310]	[310]	[010]	[100]	[110]	[110]	[310]	[310]
c_3	1													
c_{3i}	1													
c_{3v}	1													
	2													
b_3	1		00; $\frac{1}{2}$0				00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	$\frac{1}{4}$0; $\frac{3}{4}$0				$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$	$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$
	2			00; 0$\frac{1}{2}$	00	00				0$\frac{1}{4}$; 0$\frac{3}{4}$	0$\frac{1}{2}$	0$\frac{1}{2}$		
b_{3d}	1		00; $\frac{1}{2}$0				00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	$\frac{1}{4}$0; $\frac{3}{4}$0				$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$	$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$
	2			00; 0$\frac{1}{2}$	00	00				0$\frac{1}{4}$; 0$\frac{3}{4}$	0$\frac{1}{2}$	0$\frac{1}{2}$		
c_{3h}	1													
b_{3h}	1		00; $\frac{1}{2}$0				00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	$\frac{1}{4}$0; $\frac{3}{4}$0				$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$	$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$
	2	$\frac{1}{2}$0; 0$\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$		00; 0$\frac{1}{2}$	00	00				0$\frac{1}{4}$; 0$\frac{3}{4}$	0$\frac{1}{2}$	0$\frac{1}{2}$		
c_6	1	$\frac{1}{2}$0; 0$\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$												
c_{6v}	1	$\frac{1}{2}$0; 0$\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$												
c_{6h}	1	$\frac{1}{2}$0; 0$\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$												
b_6	1	$\frac{1}{2}$0; 0$\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$	00; $\frac{1}{2}$0	00; 0$\frac{1}{2}$	00	00	00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	$\frac{1}{4}$0; $\frac{3}{4}$0	0$\frac{1}{4}$; 0$\frac{3}{4}$	0$\frac{1}{2}$	0$\frac{1}{2}$	$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$	$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$
b_{6h}	1	$\frac{1}{2}$0; 0$\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$	00; $\frac{1}{2}$0	00; 0$\frac{1}{2}$	00	00	00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	00; 0$\frac{1}{3}$; 0$\frac{2}{3}$	$\frac{1}{4}$0; $\frac{3}{4}$0	0$\frac{1}{4}$; 0$\frac{3}{4}$	0$\frac{1}{2}$	0$\frac{1}{2}$	$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$	$0\frac{1}{6}$; $0\frac{1}{2}$; $0\frac{5}{6}$

gruppe aufbauen. Der Tabellenkopf ist hier in drei Teile gespalten: die oberste Reihe enthält das Klassensymbol, die mittlere den Gruppenindex der isomorphen Schar; die letzte Reihe enthält die Richtungen, in welchen die isomorphen Scharen auftreten. Ein Einser in den Rubriken deutet dann das Vorhandensein einer isomorphen Schar in der betreffenden Symmetriegruppe an. Um ein allzu großes Format zu vermeiden, wurde in dieser und der folgenden Tabelle für Gruppen mit 3- und 6-zähligen Achsen ein eigener Tabellenkopf angefertigt. Man kann die Aussagen der Tabellen 4 und 5 miteinander vergleichen: Tabelle 5 hat für die Σ_{II} die gleiche Bedeutung wie die (entsprechend umgruppierte) Tabelle 4 für die Σ_0.

Tabelle 6 enthält die explizite Aufzählung der Symmetrieelemente jeder Symmetriegruppe. Ihre Angaben wurden auf Grund der Sätze 1—4 S. 179 unter Verwendung der Resultate von Tabelle 5 abgeleitet. Die Tabellen 2 und 6 sind durchaus analog gebaut, und es kann bezüglich Beschreibung des Baues auf die Ausführungen S. 177 verwiesen werden. Natür-

Digitized by Google

(Fortsetzung).

[001]	[001]	(001)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	(130)	(13$\bar{0}$)	(010)	(100)	(110)	(1$\bar{1}$0)	(130)	(13$\bar{0}$)	—
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$															
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$															0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$				0; $\frac{1}{2}$			0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$	0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$		$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$			$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$			0; $\frac{1}{2}$		0	0			$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$		$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$			
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$															
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$															
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$			0; $\frac{1}{2}$		0	0			$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$		$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$			0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$				0; $\frac{1}{2}$			0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$	0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$		$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$			$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$		0													
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$		0		0; $\frac{1}{2}$			0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$	0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$		$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$			$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	
0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}$ 0; $\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$		0	0; $\frac{1}{2}$		0	0			$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$		$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$			
$\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}\frac{1}{6}\frac{1}{2}$	0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$														
$\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}\frac{1}{6}\frac{1}{2}$	0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$		0; $\frac{1}{2}$	0; $\frac{1}{2}$	0	0	0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$	0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$	$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$	$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	
$\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}\frac{1}{6}\frac{1}{2}$	0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$	0													0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$
$\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}\frac{1}{6}\frac{1}{2}$	0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$														
$\frac{1}{3}$ 0; $\frac{5}{6}\frac{1}{2}$; $\frac{2}{3}\frac{1}{6}\frac{1}{2}$	0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$	0	0; $\frac{1}{2}$	0; $\frac{1}{2}$	0	0	0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$	0; $\frac{1}{3}$; $\frac{2}{3}$	$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$	$\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	$\frac{1}{6}$; $\frac{1}{2}$; $\frac{5}{6}$	0 0; $\frac{1}{2}\frac{1}{2}$; $\frac{1}{2}$ 0; 0 $\frac{1}{2}$; $\frac{1}{4}\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}\frac{3}{4}$; $\frac{3}{4}\frac{1}{4}$

lich entfallen hier die Spalten 3—7 der Tabelle 2. Es ist zu bemerken, daß wie in Tabelle 2 Symmetrieelemente, welche vollständig in anderen enthalten sind, der Übersicht halber nicht eigens angeführt werden; hingegen werden Symmetrieelemente, welche zwar zusammenfallen, durch Symmetrieoperationen aber getrennt werden können, auch getrennt angegeben. So fallen z. B. in der Gruppe c^1_{1a} die tetragonalen Drehachsen und Drehspiegelachsen $[001]_{000}$ und $[001]_{\frac{1}{2}\frac{1}{2}0}$ zusammen, werden aber getrennt angegeben.

Die Reihenfolge in der die Symmetriegruppen in den Tabellen 5 und 6 aufgezählt sind, deckt sich nicht mit der, bei der Ableitung eingehaltenen. Die Gruppen werden hier nach Symmetriesystemen geordnet angegeben, und zwar so, daß in jedem System die tetratoedrischen, hemiedrischen und holoedrischen Klassen aufeinanderfolgen.

Der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft sind wir für die zur Durchführung der Arbeit bewilligten Mittel zu besonderem Dank verpflichtet.

Digitized by Google

Digitized by Google

Mitteilungen der deutschen Materialprüfungsanstalten

Sonderheft VI:

Arbeiten aus dem **Staatlichen Materialprüfungsamt** zu Berlin-Dahlem

Inhalt

Seite

Schulze, Bruno. Beitrag zur ältesten Geschichte der Papiererzeugung. (Ein Papier aus dem 3. Jahrhundert n. Chr.) 1
Korn, R. Einfluß des Wasserzeichens auf die Festigkeitseigenschaften von Wertzeichenpapieren 4
Herzberg, W. Einfluß höherer Wärmegrade auf die Festigkeitseigenschaften von Sackpapier 4
Wilke, P. Über einige Versuche mit dem Berstdruckprüfer Schopper-Dalén bei 8,04 und 100 qcm Einspannfläche 6
Herzberg, W. Erfahrungen bei der Prüfung von Rohdachpappe 8
Dalén, G., und P. Wilke. Ermittelung der Lichtechtheit farbiger Papiere durch Belichtung mit der Quarz-Quecksilberlampe 9
Korn, R. Sklerenchym in Strohzellstoffen 13
Korn; R. Sklerenchymflecke in Papier 15
Korn, R. Die Sutermeister-Lösung in der Papiermikroskopie 17
Herzberg, W. Metallschädliche Bestandteile in Papier 18
Korn, R. Quantitative Bestimmung von Holzschliff in Papier auf chemischem Wege nach Cross, Bevan und Briggs 19
Schulze, Bruno. Quantitative Bestimmung von Wolle in Roh- und Wollfilzpappen auf chemischem Wege 23
Herzog, G. Über den Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Eigenschaften der Faserstoffe und über Messung der Luftfeuchtigkeit 24
Sommer, H. Die Wirkung atmosphärischer Einflüsse auf Faserstoffe 30
Sommer, H. Der Nachweis chemischer Schädigung bei Erzeugnissen aus Pflanzenfasern 51
Sommer, H. Zur Frage der Gleichmäßigkeitsprüfung von Gespinsten 55
Sommer, H. Die technologischen Eigenschaften der nach dem Einkardenverfahren hergestellten Jutegarne 60
Herzog, G. Schäden an Papierfilzen 62
Sommer, H. Über den Wert des Glühverfahrens bei der Bestimmung des Baumwollgehalts in Asbesterzeugnissen 65
Frederking, H. Einige Neuerungen bei photographischen Kopierprozessen 67
Marcusson, J., und W. Bauerschäfer. Katalytische Bildung von Erdölkohlenwasserstoffen aus Fetten 69
Marcusson, J., und W. Bauerschäfer. Autoxydation der Mineralöle 70
Marcusson, J. Die Vorgänge beim Erhitzen und Eintrocknen fetter Öle 71
Marcusson, J. Nachweis von Holzöl in Ölgemischen 78
Schlüter, H. Vereinheitlichung der Ölprüfungsverfahren 79
Marcusson, J. Die Analyse der Kaltasphalte 87
Marcusson, J. Der chemische Aufbau der Braunkohlen 89
Nitsche, R. Siegellackprüfungen 90

Mit 60 Abbildungen

Berlin
Verlag von Julius Springer
1929

Digitized by Google

Digitized by Google

Beitrag zur ältesten Geschichte der Papiererzeugung[1].

(Ein Papier aus dem 3. Jahrhundert n. Chr.).

Von **Bruno Schulze.**

Durch Briquet und Wiesner, die die naturwissenschaftlichen Untersuchungsmethoden in die historische Papierforschung einführten, sowie durch Karabazeks Quellenstudien, haben wir eingehende Kenntnis von der Beschaffenheit und Herkunft mittelalterlich europäischer und orientalischer sowie ältester arabischer Papiere (etwa 800 n. Chr.) erhalten. Durch Forschungsexpeditionen der letzten Jahrzehnte sind aber auch der vorarabischen, frühesten Geschichtsepoche der Papiererzeugung, deren Schauplatz die im Sande verwehten alten Kulturstätten Turkestans waren, neue Quellen erschlossen worden. Leider konnten noch nicht alle Funde wissenschaftlich ausgewertet werden. Die aus Kutschar und Takla Makan stammenden, von Wiesner[2] untersuchten ostturkestanischen Papiere sind in die Zeit zwischen 400 bis 800 n. Chr. einzureihen. Das bisher älteste aus Turkestan stammende echte (gefilzte) Papier, das auf seine Stoffzusammensetzung und Verarbeitung untersucht wurde, ist meines Wissens ein vom Jahre 399 n. Chr. datierter Beschreibstoff, der in Turfan ausgegraben wurde[3].

Über die Ergebnisse der Untersuchung eines zweiten noch älteren turkestanisch-chinesischen Papieres soll hier berichtet werden. In der im März 1900 von Sven Hedin[4] entdeckten alten chinesischen Stadt Lou-lan wurde eine große Anzahl von Handschriften auf Papier und Holz ausgegraben, die zu den ältesten Kulturerzeugnissen der Menschheit gehören. Sie geben einen überraschend reichen Einblick in die Blütezeit der jetzt unter dem Wüstensand schlafenden Stadt im 3. Jahrhundert n. Chr. In der Annahme, daß die von Sven Hedin aufgefundenen chinesischen Handschriften für die Geschichte der Papiererzeugung neue Anhaltspunkte liefern könnten, wandte sich das Amt an Sven Hedin mit der Bitte, kleine Teile der einen oder anderen Handschrift für eine Prüfung zur Verfügung zu stellen; es erhielt darauf eine kleine Probe eines chinesischen Papieres aus dem 3. Jahrhundert n. Chr., wofür auch noch an dieser Stelle verbindlich gedankt wird.

Das schwach gelblich getönte Papier hat eine Dicke von etwa 0,23 mm. Es ist ein echtes gefilztes Papier von der Langfaserigkeit, wie man sie in der Regel bei alten Beschreibstoffen antrifft (Abb. 1 und 2). Die Fasern

Abb. 1. (Natürliche Größe.)

sind (wahrscheinlich durch ein sehr primitives Stampf- oder Schlagverfahren) nur sehr wenig angegriffen. Eine

Abb. 2. (9mal vergrößert.)

Leimung des Papieres war nicht nachweisbar und ist wahrscheinlich auch nicht vorhanden gewesen. Bei genauerer Betrachtung lassen sich selbst mit unbewaff-

[1] Original: Papier-Ztg., Papierfabrikant, Wochenblatt für Papierfabrikation: 1928.

[2] J. Wiesner: Mikroskopische Untersuchung alter Papiere, S. 20. Wien 1902.

[3] R. Kobert: Über das älteste in Deutschland befindliche echte Papier. Papierfabrikant, Fest- u. Auslandsheft 1911, S. 44/48.

[4] Sven Hedin: Lou-lan, die schlafende Stadt. Reclams Univers. Jg. 42, H. 16/17.

Digitized by Google

netem Auge vereinzelte Garnfäden in dem Papierfilz erkennen (Abb. 2). An einer Stelle ließ sich sogar ein Gewebestück mit Kette und Schuß aus der Papiermasse

Abb. 3. (25 mal vergrößert.)

herauspräparieren (Abb. 3). Die unaufgelösten Garnfäden und Gewebebestandteile beweisen, daß es sich um ein Hadernpapier handelt, oder daß mindestens Hadern mitverarbeitet wurden. Die Erhaltung der Garnfäden läßt auf eine sehr schonende Behandlung des Fasermaterials schließen. Für die Verarbeitung von Hadern spricht ferner das Vorhandensein von künstlich gefärbten Fasern sowie von Stärkekleisterresten an den Fasern. Wiesner[1] konnte an den Fasern vieler alter orientalischer und europäischer Papiere solche Stärkespuren nachweisen, welche zum Stärken oder Appretieren der Stoffe gedient hatten. Eine Verwechslung der Stärkespuren mit Leimungsmasse ist nicht möglich, da man unter dem Mikroskop nach Behandlung mit sehr verdünnter Jod-Jodkalium-Lösung nur vereinzelte kleine violettblau gefärbte Bezirke an den Fasern findet. Leider war die Verkleisterung der Stärke in dem untersuchten Papier so vollkommen, daß sich deren Art nicht mehr mit Sicherheit ermitteln ließ. Einige Fragmente von Gramineenoberhaut deuten auf die Reispflanze als Stärkelieferanten hin. Der vorliegende chinesische Beschreibstoff ist also ein Hadernpapier. Karabazek[2] hatte noch angenommen, daß die Perser Samarkands die Erfinder des Hadernpapiers gewesen seien. Kobert (l. c.) läßt bei dem von ihm untersuchten ostturkestanischen Papier die Frage, ob Hadern oder lediglich durch Stampfen stark fibrillierte Fasern verarbeitet wurden, offen; das aus Boehmeria und zum kleinen Teil aus Broussonetia bestehende Fasermaterial dieses Papieres war im Gegensatz zu dem Papier aus Lou-lan stark fibrilliert. Der weitaus größte Teil der Papiermasse besteht aus einem einheitlichen Fasermaterial. Der Bau der Fasern deutet auf Leinen oder Hanf (Abb. 4). Eine sichere Unterscheidung dieser namentlich im verarbeiteten Zustande sich außerordentlich ähnelnden Bastfasern kann nur auf Grund von Quellungserscheinungen in Kupferoxydammoniak oder von Nebenbestandteilen erfolgen. Zu diesem Zweck wurde das Fasermaterial zunächst nach Nebenbestandteilen durchsucht. Das zur Verfügung stehende Stück des Papieres war etwa 7 qcm groß. Außer den schon erwähnten Gramineenoberhaut-Fragmenten fanden sich mehrere vom Hanf herrührende Haare (Abb. 5). Die Gesamtlänge dieser Haare betrug etwa 0,412 mm, die größte Breite 0,055 mm. Schließlich fand sich auch noch ein Stück Oberhaut des Hanfes mit Haar-

Abb. 4. (135 mal vergrößert.)

narbe. Diese Nebenbestandteile im Verein mit den Quellungserscheinungen in Kupferoxydammoniak erbrachten den Beweis, daß die Hauptmasse des Papieres aus Hanffasern besteht. Fasern des Papiermaulbeerbaumes (Broussonetia) sind nicht vorhanden, charakteristische Fasern von Boehmeria ließen sich auch nicht nachweisen. Einige stärker zerstampfte Fasern, die eine gewisse Ähnlichkeit mit der Ramiefaser (Boehmeria)

[1] J. Wiesner: Die mikroskopische Untersuchung des Papiers. S. 54 u. 63. Wien: Verlag der Staatsdruckerei 1887.

[2] Karabazek: Das arabische Papier. S. 31. Wien: Verlag der Staatsdruckerei 1887.

Digitized by Google

aufweisen, bleiben sicher unter 5% der Gesamtmasse und können sehr wohl auch Übergangserscheinungen der Hanffaser sein. Zusammenfassend läßt sich sagen, daß zur Herstellung des untersuchten Beschreibstoffes,

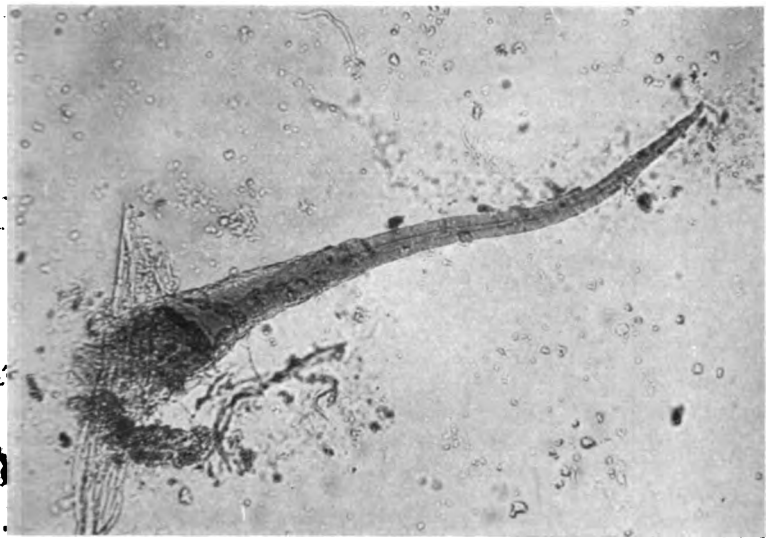


Abb. 5. (200 mal vergrößert.)

des ältesten bisher bekannten Hadernpapieres, abgenutzte Gewebe, vielleicht auch Taue und Netze verwandt wurden, die zum ganz überwiegenden Teil aus Hanf bestanden. Als zufällige Beimengung sind geringe Mengen tierischer Haare (Wollhaare und Wildhaare) zu betrachten. Sehr bemerkenswert ist die bei eingehendster Untersuchung immer wieder bestätigte Tatsache, daß das auf S. 2 erwähnte Gewebefragment (Abb. 3) aus Baumwolle besteht (Abb. 6). Die meist bandförmigen, zum Teil spiralig gedrehten Haare mit weitem bisweilen wechselndem Lumen zeigen auch die charakteristische Gitterstreifung der Baumwolle. Porenkanäle sowie knotenförmige Auftreibungen fehlen. Die Quellungserscheinungen in Chromschwefelsäure und Kupferoxydammoniak zeigen die Merkmale der Baumwolle. An dem trockenen Fasermaterial, besonders aber nach Behandlung der Präparate mit Sudan III lassen sich an den Fasern vereinzelte Fetzen nachweisen, die auf Reste der Kutikula hindeuten.

Bei den von ihm untersuchten arabischen Papieren ägyptischer Herkunft konnte Wiesner (l. c.) 1887, S. 76) feststellen, daß die Leinenpapiere im Verhältnis 3 : 1 die Hanfpapiere überwogen. Dies ist verständlich, da Ägypten von alters her geradezu als „Flachsland" bezeichnet wird (Karabazek, l. c. S. 29). In China dagegen ist die Leinenpflanze erst sehr spät eingeführt worden. Seit uralten Zeiten wurde aber in China die Hanfpflanze angebaut. Der Charakter ma, der in neueren Zeiten in China allgemein für Textilfasern gebraucht wird, galt zunächst ausschließlich für die Hanfpflanze. Das Lu-schi (Sungdynastie) berichtet, daß der Kaiser Shen Nung (28. Jahrhundert v. Chr.) zuerst die Kultur des ma und des Maulbeerbaumes seinem Volke gelehrt habe, um Gewebe aus Hanf und Seide herstellen zu können. Hiernach ist die Herstellung des untersuchten, aus dem frühesten Beginn der Papiererzeugung stammenden Beschreibstoffes auf Hanfhadern nicht verwunderlich. Anders steht es mit dem Baumwollbefund. Über die Anfänge der Baumwollkultur ist wenig Sicheres bekannt, die Berichte sind daher oft widersprechend. Während einige Autoren angeben, daß die Chinesen schon um das Jahr 2300 v. Chr. zu Zeiten des Kaisers Joa baumwollene Gewänder trugen (z. B. Tobler[1]), soll nach anderen die Baumwolle erst 1257 bis 1294 n. Chr. aus Südindien eingeführt worden sein (Karabazek, l. c. S. 22). Tatsache ist jedenfalls, daß in Indien schon um 600 v. Chr. die Baumwolle im Zusammenhang mit der Erzeugung von Gewändern genannt wird (Wiesner[2]). Vielleicht gibt folgende Angabe Sven Hedins (l. c. S. 415) eine Erklärung für das Vorkommen von Baumwolle in dem geprüften Papier: „Lou-lan war ein Sperrfort an der Seidenstraße von China nach Syrien und Rom. Zwei der in Lou-lan aufgefundenen Dokumente

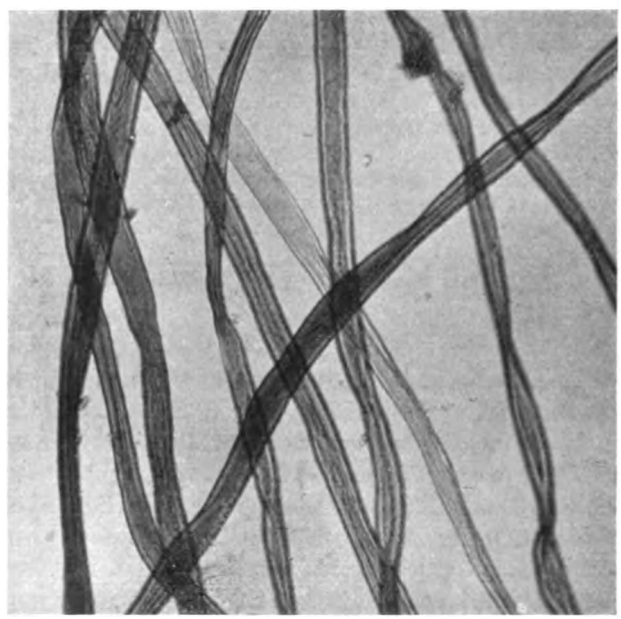


Abb. 6. (165 mal vergrößert.)

waren in Kharoshthi, einer indischen Sprache, abgefaßt und verraten also eine Verbindung mit Indien oder sogar die Anwesenheit von indischen Kaufleuten in Lou-lan."

[1] Tobler: Kolonialbotanik. Berlin: Teubner 1907.

[2] J. Wiesner: Rohstoffe des Pflanzenreiches, Bd. III, 3. Aufl., S. 133. 1921.

Digitized by Google

Einfluß des Wasserzeichens auf die Festigkeitseigenschaften von Wertzeichenpapieren[1].

Von **R. Korn.**

Vor einiger Zeit hat das Amt in den Papier-Fachschriften über die Erfahrungen, die es bei der Prüfung von Wertzeichenpapieren gemacht hat, berichtet. Dabei wurde darauf hingewiesen, daß die Einhaltung der vorgeschriebenen Reißlänge bei der Herstellung dieser Papiere wegen der durchgehenden Wasserzeichen besondere Schwierigkeiten verursacht. In einigen Fällen waren Bogen zur Prüfung vorgelegt, die zur Hälfte das Wasserzeichen führten, im übrigen aber ohne Wasserzeichen waren; die Entnahme derartiger Proben ist möglich, wenn der Egoutteur während der Herstellung des Papiers von Zeit zu Zeit gehoben wird; sie hat den Vorteil, daß die Versuchsstreifen aus der Hälfte der Bogen, die kein Wasserzeichen trägt, geschnitten werden können. Um festzustellen, wie groß der Einfluß des Wasserzeichens ist, wurden diese Papiere sowohl ohne, als auch mit Wasserzeichen geprüft; die Ergebnisse sind in nachstehender Tabelle zusammengefaßt.

Wie aus der Zusammenstellung hervorgeht, wurde die Reißlänge bei allen 14 Papieren durch Einwirkung des Wasserzeichens herabgedrückt, und zwar um 2,7 bis 20,6% (im Mittel 10,7%); 5 Papiere (Nr. 3, 5, 10, 11, 12), entsprechend 36%, erreichen die vorgeschriebene Reißlänge nur bei Prüfung ohne Wasserzeichen und hätten beanstandet werden müssen, wenn nur Probematerial mit Wasserzeichen vorgelegen hätte. Die Falzzahl wurde im Gegensatz zur Reißlänge nicht in allen Fällen durch das Wasserzeichen ungünstig beeinflußt, sondern blieb bei 3 Papieren (Nr. 4, 9, 13) mit Abweichungen von — 0,7 bis + 2,0% praktisch gleich; bei 11 Papieren (= 79%) erfuhr sie eine Abnahme von 11,1 bis 44,8%; die mittlere Abweichung beträgt — 18,2%. Diese Verminderung des Falzwiderstandes führte jedoch in keinem Falle zur Unterschreitung des vorgeschriebenen Wertes.

Lfd. Nr.	Klasse	Mittlere Reißlänge des Papiers: a ohne Wasserzeichen m	b mit Wasserzeichen m	Abweichung b von a: m	%	Mittlere Falzzahl des Papiers: c ohne Wasserzeichen	d mit Wasserzeichen	Abweichung d von c	%
1	2a	5550	5200	— 350	— 6,3	720	640	— 80	—11.1
2	„	5450	4850	— 600	—11,0	3262	2098	—1164	—35.7
3	„	5225	4150	—1075	—20,6	2836	2123	— 713	—25.1
4	„	5200	4500	— 700	—13,5	941	960	+ 19	+ 2.0
5	„	5200	4300	— 900	—17,3	2548	2204	— 344	—13.5
6	„	5150	4800	— 350	— 6,8	912	789	— 123	—13.5
7	„	5150	4700	— 450	— 8,7	1016	855	— 161	—15.8
8	„	5100	4625	— 475	— 9,3	888	769	— 119	—13.4
9	„	5075	4875	— 200	— 3,9	992	1011	+ 19	+ 1.9
10	„	5000	4025	— 975	—19,5	1160	640	— 520	—44.8
11	„	4950	4300	— 650	—13,1	1691	1067	— 624	—36.9
12	„	4825	4400	— 425	— 8,8	677	485	— 192	—28.4
13	2b	6375	6200	— 175	— 2,7	982	975	— 7	— 0.7
14	„	4275	3900	— 375	— 8,8	209	166	— 43	—20.6
			Im Mittel:		—10,7				—18.2

[1] Während des Druckes dieser Arbeit ist dem Amt von der Zulassungsstelle an der Börse zu Berlin mitgeteilt worden, daß in Zukunft bei der Prüfung von Wertzeichenpapieren nur Bogen mit Wasserzeichen verwendet werden dürfen.

Einfluß höherer Wärmegrade auf die Festigkeitseigenschaften von Sackpapier.

Von **W. Herzberg.**

Im „Wochenblatt" Jg. 1923, S. 2059, wurde über Erfahrungen berichtet, die bei der Prüfung von drei Sackpapieren im Anlieferungszustand und nach 5stündigem Erhitzen auf 80° C gemacht wurden; unmittelbar nach dem Erhitzen war die Reißlänge größer, die Dehnung kleiner und der Falzwiderstand ganz erheblich kleiner als im Anlieferungszustand. Diese Versuchsergebnisse rechtfertigen den Schluß, daß Papiersäcke, die mit heißem Zement, Kalk, Gips usw. gefüllt werden, gegen mechanische Beanspruchungen sehr empfindlich sind und daher mit besonderer Vorsicht behandelt werden müssen. Nach dem Bekanntwerden dieser Versuche wurde von verschiedenen Seiten angeregt, die Frage weiterzuverfolgen und insbesondere festzustellen, ob sich unter den geschilderten Bedingungen Sackpapiere aus Natronzellstoff anders verhalten als solche aus Sulfitzellstoff.

Das erforderliche Versuchsmaterial wurde von der Papierindustrie zur Verfügung gestellt, und es konnten fünf Natronsackpapiere, herrührend aus drei Fabriken, und zehn Sulfitsackpapiere aus vier Fabriken in den Kreis der Beobachtung gezogen werden.

Bevor auf die bei Prüfung dieser Papiere gemachten Erfahrungen eingegangen wird, sei noch einiges über die Füllung von Papiersäcken mit heißen Stoffen gesagt. Anlaß zu den ersten Versuchen gab die Mitteilung einer Papierfabrik, daß jetzt Zement vielfach 60 bis 80° heiß in die Papiersäcke gefüllt wird, und es daher erwünscht sei, etwas über Veränderungen von Sackpapier bei dieser Beanspruchung zu erfahren.

Um für diese Temperaturangabe und über Erfahrungen beim Füllen und Verschicken von heiß in die Säcke gefülltem Zement eine breitere Unterlage zu gewinnen, wurde bei drei Fachvertretungen der deutschen Zementwerke angefragt und um Auskunft gebeten. Die Antworten besagen kurz folgendes:

Verband 1. Zement wird in unseren Werken nur ausnahmsweise heiß abgefüllt. Übelstände bisher nicht beobachtet.

Verband 2, Werk a: Temperatur beim Einfüllen 70°, nach 4 St. 45°, nach 7 St. 30°. Klagen über ungünstige Einwirkung des heißen Zementes auf die Säcke nicht eingegangen.

Werk b: Temperatur beim Einfüllen schwankend. Durchschnitt 60 bis 65°, vereinzelt steigend bis 82°, am Auslauf der Mühle bis zu 172°. Abkühlung in großen

Digitized by Google

Rundbehältern sehr langsam. Klagen über beschädigte Säcke sind gelegentlich eingelaufen. „Tatsächlich scheint deshalb heißer Zement auf das Papier schädliche Einflüsse zu haben, je nachdem es sich um mehr oder weniger gutes Papier handelt."

Werk c: Temperatur beim Einfüllen 37 bis 52°. In den Säcken kühlt der Zement in 5 bis 6 St. ab. Schädigungen der Säcke sind nicht beobachtet worden.

Verband 3: Einfülltemperatur unter normalen Verhältnissen ganz mäßig; zum Teil, wenn die Ware knapp ist, auch 70 bis 80°. Klagen über Bersten der Säcke infolge heißer Zementfüllung liegen nicht vor. „Dagegen sind uns erhebliche Reklamationen zugegangen über das Zerreißen von Papiersäcken, die mit heißem, gemahlenem Kalk gefüllt waren. Da der hydraulische Kalk trocken eingelöscht wird und durch das Einlöschen an und für sich sehr heiß wird, kommt derselbe, da er von den Mühlen direkt in die Säcke gepackt wird, häufig warm zur Verladung. Wir haben mehrfach Reklamationen darüber gehabt, daß die Kalksäcke zerrissen beim Empfänger angekommen sind."

Die Antworten zeigen, daß nicht an allen Stellen die gleichen Erfahrungen gemacht worden sind; zurückzuführen ist dies vermutlich, wenn man gleich vorsichtige Behandlung der vollen Säcke annimmt, auf Verschiedenheiten in der Güte der Säcke, die in erster Linie abhängt von der Güte des Sackpapiers; leider ist es noch nicht gelungen, umfangreicheres Versuchsmaterial von Säcken, die sich im Gebrauch gut, und solchen, die sich nicht bewährt haben, zusammenzubringen, um die Ursachen des verschiedenen Verhaltens festzustellen, insbesondere zu ermitteln, ob lediglich mangelhafte Festigkeit des Papiers die Ursache ist oder auch die Art des Zellstoffes (Sulfit bzw. Natron).

In nachstehender Tabelle sind die Ergebnisse der eingangs erwähnten Vergleichsversuche mit Natron- und Sulfitsackpapieren zusammengestellt. Die schwach gedruckten Zahlen sind die Verhältniswerte, bezogen auf die mit den Papieren im ursprünglichen Zustand ermittelten Werte.

I. Papiere aus Natronzellstoff.

Lfd. Nr.	Mittlere Reißlänge			Mittlere Dehnung			Mittlere Falzzahl			Mittlerer Berstdruck in kg/qcm			Gewicht
	ursprünglicher Zustand	24 Std. bei 80° C getrocknet		ursprünglicher Zustand	24 Std. bei 80° C getrocknet		ursprünglicher Zustand	24 Std. bei 80° C getrocknet		ursprünglicher Zustand	24 Std. bei 80° C getrocknet		g/qm
		sofort geprüft	48 Std. später		sofort geprüft	48 Std. später		sofort geprüft	48 Std. später		sofort geprüft	48 Std. später	
3	**5350**	**6350**	**5525**	**6,3**	**3,5**	**6,5**	**1942**	**320**	**1299**	**2,98**	**2,67**	**2,95**	83
	100	119	103	100	56	108	100	16	67	100	90	99	
1	**5800**	**7050**	**5750**	**5,1**	**2,9**	**5,6**	**2442**	**401**	**1803**	**2,77**	**2,60**	**2,92**	76
	100	122	99	100	57	110	100	16	74	100	49	105	
2	**5450**	**6700**	**5500**	**5,2**	**2,7**	**5,7**	**2197**	**341**	**1536**	**2,92**	**2,71**	**2,87**	79
	100	123	101	100	52	110	100	16	70	100	93	98	
4	**5200**	**6250**	**5050**	**5,5**	**3,1**	**5,8**	**1456**	**133**	**1194**	**2,70**	**2,52**	**2,74**	72
	100	120	97	100	56	105	100	9	82	100	93		
5	**4575**	**5750**	**4425**	**5,4**	**2,0**	**4,7**	**1014**	**123**	**631**	**2,40**	**2,24**	**2,29**	75
	100	126	97	100	37	87	100	12	62	100	93	95	
Gesamtmittel	**5275**	**6420**	**5250**	**5,5**	**2,8**	**5,7**	**1810**	**264**	**1293**	**2,75**	**2,55**	**2,75**	77
	100	122	100	100	51	104	100	15	71	100	93	101	

II. Papiere aus Sulfitzellstoff.

7	**5400**	**5850**	**5025**	**4,1**	**1,5**	**3,0**	**1040**	**1**	**212**	**2,80**	**1,96**	**2,26**	82
	100	108	93	100	37	73	100	0,1	20	100	70	81	
10	**5075**	**5750**	**4900**	**2,4**	**1,7**	**2,6**	**495**	**43**	**362**	**2,13**	**2,03**	**2,08**	76
	100	133	97	100	71	108	100	9	73	100	95	98	
8	**5200**	**5700**	**4925**	**2,4**	**1,5**	**2,4**	**376**	**10**	**180**	**1,79**	**1,82**	**1,72**	70
	100	110	95	100	63	100	100	3	48	100	102	96	
13	**4825**	**5050**	**4150**	**2,3**	**1,4**	**2,1**	**438**	**18**	**343**	**2,06**	**2,14**	**2,24**	86
	100	117	96	100	61	91	100	4	78	100	104	109	
14	**4225**	**4650**	**4025**	**1,9**	**1,4**	**1,8**	**166**	**11**	**135**	**1,58**	**1,60**	**1,55**	75
	100	110	95	100	74	95	100	7	84	100	101	98	
12	**4425**	**5100**	**4375**	**2,1**	**1,4**	**2,1**	**313**	**36**	**180**	**1,82**	**1,71**	**1,84**	74
	100	115	99	100	67	100	100	12	48	100	94	101	
15	**3925**	**4775**	**4375**	**1,7**	**1,4**	**1,8**	**67**	**6**	**31**	**1,10**	**1,09**	**1,05**	43
	100	122	111	100	82	106	100	9	46	100	99	95	
11	**4825**	**5200**	**4825**	**2,5**	**1,4**	**2,3**	**699**	**4**	**296**	**2,03**	**1,96**	**2,12**	74
	100	108	100	100	56	92	100	0,6	42	100	97	104	
9	**5075**	**5575**	**5200**	**2,4**	**1,5**	**2,3**	**1003**	**11**	**748**	**2,73**	**2,35**	**2,57**	77
	100	110	102	100	63	96	100	1	75	100	86	94	
6	**5750**	**6100**	**5550**	**2,3**	**1,4**	**2,1**	**1660**	**4**	**879**	**2,58**	**2,40**	**2,73**	82
	100	106	97	100	61	91	100	0,2	53	100	93	106	
Gesamtmittel	**4823**	**5375**	**4735**	**2,4**	**1,5**	**2,3**	**626**	**14**	**337**	**2,06**	**1,91**	**2,02**	74
	100	111	98	100	63	96	100	2	57	100	93	98	

Digitized by Google

Aus den Werten der Tabelle lassen sich folgende Schlußfolgerungen ziehen:

Die Festigkeit, ausgedrückt durch die Reißlänge, ist durch das 24stündige Trocknen bei 80° bei den Natronpapieren im Mittel um rund 22%, bei den Sulfitpapieren um rund 10% erhöht worden, die Einzelwerte schwanken bei den Natronpapieren von 119 bis 126%, bei den Sulfitpapieren von 106 bis 122%. Diese Erhöhung war aber nur vorübergehend, nach 48stündigem Lagern an der Luft zeigten alle Papiere annähernd wieder ihre ursprüngliche Festigkeit.

Die Dehnung ist durch das Erhitzen im Mittel auf etwa die Hälfte herabgedrückt worden (N-Papiere: Einzelwerte 37 bis 57%, S-Papiere: Einzelwerte 37 bis 62%); auch diese Wirkung war nur vorübergehend, nach 48stündigem Lagern war die ursprüngliche Dehnung bei den meisten Papieren annähernd wieder vorhanden.

Der Falzwiderstand wurde durch das Erhitzen sehr ungünstig beeinflußt; und hier zeigt sich ein ausgesprochener Unterschied in dem Verhalten der N- und S-Papiere; im Mittel wurde der Falzwiderstand herabgedrückt bei den N-Papieren auf 15% (Einzelwerte 9 bis 16%), bei den S-Papieren auf 2% (Einzelwerte 0,1 bis 12%). Ordnet man die Verhältniswerte nach Häufigkeitsgruppen, so ergibt sich folgende Übersicht:

Werte von	0/1	1/5	5/10	10/20%
Natronpapier	0	0	1	4
Sulfitpapier	3	3	3	1

Der Falzwiderstand ist also durch das 24stündige Erhitzen der Papiere auf 80° bei den Sulfitpapieren stärker ungünstig beeinflußt worden als bei den Natronpapieren. Nach 48stündigem Lagern hat der Falzwiderstand wieder zugenommen, die Natronpapiere haben sich im Mittel wieder bis auf 71% erholt (Einzelwerte 62 bis 82%), die Sulfitpapiere bis auf 57% (Einzelwerte 20 bis 81%).

Diese Ergebnisse zeigen also ebenso wie die früheren, daß Sackpapiere nach dem Erhitzen auf 80° sehr spröde sind und solange sie nicht wieder Feuchtigkeit aus der Luft aufgenommen haben, gegen starke mechanische Einwirkung sehr empfindlich sein werden; es hat sich ferner gezeigt, daß die untersuchten S-Papiere gegen das Erhitzen empfindlicher sind als die N-Papiere.

Berstdruck: Da die Wirkung des Zementes im gefüllten Sack auf das Papier ähnlich ist wie die Pressung, die beim Prüfen mit einem Berstdruckprüfer auf das Papier ausgeübt wird, so wurden die 15 Papiere auch noch mit dem Mullenprüfer auf Berstdruck geprüft. Wie die Tabelle zeigt, ist der Berstdruck im Mittel durch das Erhitzen um rund 10% gesunken, und zwar sowohl bei den Natron- als auch bei den Sulfitpapieren; nach 48stündiger Lagerung bei Zimmerwärme zeigten die meisten Papiere wieder ihren ursprünglichen Berstdruck.

Die bei der Prüfung der 15 Papiere gemachten Beobachtungen reichen noch nicht zu der Schlußfolgerung aus, daß sich beim Abfüllen von heißem Zement Natronpapiersäcke besser bewähren als Sulfitpapiersäcke von sonst gleichen Eigenschaften. Diese Frage kann einwandfrei nur durch Zusammenarbeiten mit Zementfabriken geklärt werden, in der Weise, daß die Ergebnisse der Prüfung der Sackpapiere auf Art des Zellstoffes und sämtliche Festigkeitseigenschaften in Vergleich gestellt werden mit den Erfahrungen, die mit Säcken aus den Papieren vom Füllen bis zur Verbrauchsstelle gemacht worden sind; es wird versucht werden, ein solches Zusammenarbeiten zwischen dem Materialprüfungsamt und der Zementindustrie in die Wege zu leiten.

Über einige Versuche mit dem Berstdruckprüfer Schopper-Dalén bei 8,04 und 100 qcm Einspannfläche.

Von P. Wilke.

In der Tages- und Fachpresse sind vor einiger Zeit Ausführungen erschienen, die sich einmal mit der Absicht der Deutschen Reichsbahngesellschaft befaßten, die Verpackungsvorschriften für Stückgüter neu zu regeln und zum andern Mitteilungen brachten über die Kontrolle der für die Herstellung der Kartons verwendeten Pappen durch Ermittelung des Berstdruckes mit dem Berstdruckprüfer Schopper-Dalén an Stelle des amerikanischen Mullenprüfers.

Die Einführung der Prüfung der Pappen auf Berstdruck geht zurück auf die hierfür schon teilweise im Auslande bestehenden Vorschriften. Dort sind, wahrscheinlich auf Grund praktischer Erfahrungen auf dem Eisenbahntransport mit Pappbehältern, für verschieden schwere Pakete verschiedene Berstfestigkeiten der Pappen vorgeschrieben worden, und zwar sollen, wie z. B. in Schweden, für Pakete von 15, 25, 35 und 50 kg Bruttogewicht Pappen verwendet werden, die auf dem Mullenprüfer einen Berstdruck von 14, 17, 20 und 25 kg/qcm bei einer Prüffläche von 8,04 qcm aushalten. Das Bestreben der Deutschen Reichsbahn geht dahin, diese Prüfungsart in Deutschland einzuführen und dieselben Bruttogewichte und Festigkeitswerte wie in Schweden vorzuschreiben, um mit letzterem in den Anforderungen an die zu verwendenden Pappen übereinzustimmen. Bei dieser Gelegenheit soll auch auf Vorschlag des Materialprüfungsamtes im Interesse eines zuverlässigeren Prüfungsergebnisses eine größere Prüffläche als die des amerikanischen Mullenprüfers (8,04 qcm) angewendet werden, nämlich 100 qcm, weil hierdurch eine größere Fläche der zu prüfenden Pappe erfaßt und letztere nicht in dem Maße auf Biege- und Scherfestigkeit beansprucht wird wie bei Anwendung einer kleinen Prüffläche. Da der amerikanische Apparat die Prüfung bei 100 qcm großer Fläche nicht zuläßt, soll an seiner Stelle der deutsche Apparat von Schopper-Dalén eingeführt werden. Abgesehen von der Verwendung einer größeren Prüffläche gegenüber dem Mullenprüfer, über dessen Wirkungsweise man auch in Amerika selbst geteilter Meinung ist, sind die dem letzteren anhaftenden Mängel

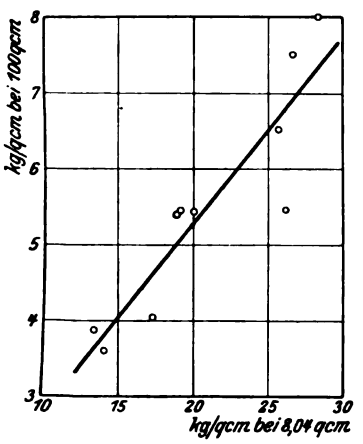
Digitized by Google

(z. B. ungleichmäßiger Druck der Einspannglocke auf das Probestück, großer Zwischenraum zwischen Membran und Probestück, Hartwerden der Membran, Schwierigkeit der Auswechslung der Membran) beim Apparat Schopper-Dalén vermieden.

Um nun festzustellen, welche Werte bei einer Prüffläche von 100 qcm im Gegensatz zu der von 8,04 qcm großen Fläche von den Pappen zu verlangen sind, wurden einige vergleichende Versuche auf dem Schopper-Dalén-Apparat mit beiden Prüfflächen ausgeführt. Für diese Prüfungen wurden Pappen verschiedener Art und mit einem Berstdruck von etwa 13 bis 28 kg/qcm bei 8,04 qcm Einspannfläche ausgewählt. Die von der Reichsbahn in Aussicht genommenen Werte liegen innerhalb dieser Grenzen. Die Ergebnisse der Prüfung sind nachstehend zusammengestellt.

Tabelle 1.

Pappen Nr.	Art der Pappen	Berstdruck bei 8,04 qcm Prüffläche (F) kg/qcm (Q)	Berstdruck bei 100 qcm Prüffläche (F_1) durch Versuche ermittelt kg/qcm (Q_1)	Berstdruck bei 100 qcm Prüffläche (F_1) nach der Formel $Q_1 = Q\frac{\sqrt{F}}{\sqrt{F_1}}$ berechnet kg/qcm
1	Holzschliff	13,34	3,89	3,78
2	Holzzellstoff und Holzschliff	14,00	3,60	3,98
3	Braunschliff	17,28	4,04	4,91
4	Holzzellstoff	18,98	5,40	5,39
5	„	19,03	5,41	5,40
6	Holzzellstoff und Holzschliff	20,00	5,42	5,68
7	„	25,64	6,52	7,28
8	Braunschliff	26,12	5,46	7,42
9	Holzzellstoff und Holzschliff	26,78	7,50	7,61
10	„	28,30	8,00	8,04



Die Werte sind Mittel bei den Pappen 4 und 5 aus je 4, bei den übrigen aus je 5 Versuchen.

Maßgebend für die Festigkeit der Pappen wird natürlich immer der durch Prüfung ermittelte Wert sein müssen und nicht der errechnete. Wie die Werte in der Tab. 1 zeigen, ist eine völlige Übereinstimmung nicht vorhanden; die errechneten Werte weichen von den ermittelten mehr oder weniger ab, wie es ja auch nicht anders zu erwarten ist.

Zur Feststellung des Verhältnisses, in dem die Werte der beiden angewendeten Prüfflächen zueinander stehen, sind die Werte in nebenstehendem Schaubild eingetragen.

Stellt man die für die zugelassenen Bruttogewichte verlangten Berstdruckwerte den bei 100 qcm Prüffläche sich aus dem Schaubild ergebenden Mittelwerten gegenüber, so ergibt sich folgende Zusammenstellung.

Tabelle 2.

Von der Eisenbahn zugelassenes Bruttogewicht kg	Berstdruck bei 8,04 qcm Prüffläche kg/qcm	Berstdruck bei 100 qcm Prüffläche kg/qcm	Verhältniszahl $\frac{8,04}{100}$
15	14	3,80	3,69
25	17	4,50	3,78
35	20	5,25	3,81
50	25	6,50	3,84

Aus dieser Zusammenstellung ergibt sich, daß der Berstdruck bei einer Prüffläche von 8,04 qcm im Mittel etwa dem 3,8fachen oder rd. 4fachen des Berstdruckes bei 100 qcm Prüffläche entspricht. Dieses Verhältnis trifft auch bei den übrigen Werten des Schaubildes annähernd zu. Bei Ermittelung des Berstdruckes mit 100 qcm Einspannfläche erhält man den ungefähren Berstdruck bei Anwendung des Mullenmaßes durch Multiplikation mit 4. Hierdurch ist es also möglich, festzustellen, welcher Wert bei Anwendung der einen oder anderen Prüffläche etwa zu erwarten ist.

Diese Berechnungsart findet jedoch keine Anwendung bei der Prüfung von Wellpappe. Bei Prüfung der obigen 10 Pappen wurden nebenher noch 2 Wellpappen mitgeprüft. Es ergaben sich bei 8,04 qcm bei der Wellpappe 1 im Mittel 8,12 kg/qcm und bei der Wellpappe 2 im Mittel 6,13 kg/qcm Berstdruck, bei 100 qcm Einspannfläche bei der Pappe 1 im Mittel 1,11 kg/qcm und bei der Pappe 2 im Mittel 1,23 kg/qcm Berstdruck. Die Verhältniszahlen betragen bei der Pappe 1 etwa 7,5 und bei der Pappe 2 etwa 5,0. Diese Zahlen weichen von der oben festgestellten erheblich ab. Die Unterschiede sind jedoch erklärlich und liegen in der Pappe selbst begründet, weil Wellpappe im Gegensatz zu gewöhnlicher Pappe ein Konstruktionsmaterial ist, das aus einer gewellten Pappe und einer oder zwei begrenzenden Pappschichten besteht.

Digitized by Google

Erfahrungen bei der Prüfung von Rohdachpappe.

Von **W. Herzberg.**

Im Jahre 1913 hat der Verband Deutscher Dachpappenfabrikanten gemeinsam mit dem Verein Deutscher Rohpappenfabrikanten unter Mitwirkung des Staatlichen Materialprüfungsamtes Normen für Rohdachpappe aufgestellt, in denen die wichtigsten Eigenschaften der Rohpappe wie folgt festgelegt wurden.

„Die Normen gelten nur für Rohpappe in der Stärke bis einschließlich 150er, d. h. 333 g/qm.

1. Zur Herstellung von Rohpappe dürfen lediglich folgende Arten von Rohstoffen verwendet werden:

a) Lumpen,

b) Abfälle aus der Textilindustrie, soweit sie faseriger Art sind,

c) Altpapier.

Auswahl und Mischungsverhältnis der Rohstoffe bleiben den Fabrikanten überlassen. Direkter Zusatz von Holzschliff, Strohstoff, Torf, Sägemehl und mineralischem Füllstoff ist verboten.

2. Der Aschengehalt darf nicht mehr als 12% betragen.

3. Lufttrockene Pappe darf nicht mehr als 12% Wassergehalt führen.

4. Alle Pappen, die geringere Aufnahmefähigkeit von Anthrazenöl als 120% nach dem Eintauchen aufweisen, gelten für mangelhaft.

5. Rohpappe von normaler Dicke (333 g für den Quadratmeter und mehr) müssen ein Reißgewicht (für 15 mm breite Streifen) von mindestens 4 kg in der Längsrichtung haben.

6. Als oberste technische Instanz für die Frage der Erfüllung der Normen gilt das Staatliche Materialprüfungsamt in Berlin-Dahlem."

Die Normen haben sich gut bewährt und haben für den Handel mit Rohpappen eine brauchbare Unterlage abgegeben. Bei ihrer Ausarbeitung ging man von dem Grundsatz aus, nicht zu hohe Ansprüche zu stellen, da die Einstellung der Fabrikation auf die neuen Forderungen erst allmählich vor sich gehen konnte. Nachdem nun mehr als ein Jahrzehnt verflossen und die Sicherheit in der Herstellung von Pappen mit fest umgrenzten Eigenschaften wesentlich gestiegen ist, ist der Verband der Dachpappenfabrikanten der Ansicht, daß man behufs Steigerung der Güte der Rohpappen und damit der Dachpappen an eine Erhöhung der Anforderungen an Rohpappe denken kann. Für die zu fassenden Beschlüsse bilden die bisher bei der Prüfung von Rohpappen gemachten Erfahrungen naturgemäß eine wertvolle Unterlage, und dem Ersuchen des Verbandes nachkommend, sind die im Amt ermittelten Versuchsergebnisse in gedrängter Form nach Häufigkeitsgruppen geordnet zusammengestellt worden.

Aschengehalt.

Die Normen setzen den Höchstgehalt an Asche, bezogen auf das lufttrockene Material, auf 12% fest. Geprüft wurden 60 Rohpappen verschiedenen Ursprungs und verschiedener Nummern.

5%	der	Pappen	enthielten		1	bis	5%	Asche
35%	„	„	„	über	5	„	8%	„
26%	„	„	„	„	8	„	10%	„
12%	„	„	„	„	10	„	12%	„
12%	„	„	„	„	12	„	15%	„
10%	„	„	„	„	15	„	20%	„

Die Normenforderung wurde somit von 78% der Pappen erfüllt. Bei der Herabsetzung der Grenze für den Aschengehalt ist zu bedenken, daß der Fabrikant den Aschengehalt des Altpapiers, das bei der Herstellung von Rohpapier in erheblichem Anteil zur Verwendung kommt, nicht kennt und meist auch wegen der Mannigfaltigkeit des Materials nicht feststellen kann. Andererseits ist das Bestreben der Dachpappenfabrikanten, eine Rohpappe mit möglichst wenig mineralischen Füllstoffen zu verwenden, berechtigt, da diese die Aufnahmefähigkeit der Pappe für Teer, eine ihrer wichtigsten Eigenschaften, ungünstig beeinflußen.

Feuchtigkeitsgehalt.

Die Normen setzen den Höchstgehalt der lufttrockenen Pappe auf 12% fest; geprüft wurden 36 Rohpappen.

3%	der	Pappen	enthielten		6	bis	7%	Feuchtigkeit
33%	„	„	„	über	7	„	8%	„
44%	„	„	„	„	8	„	9%	„
8%	„	„	„	„	9	„	10%	„
6%	„	„	„	„	10	„	11%	„
3%	„	„	„	„	11	„	12%	„
3%	„	„	„	„	12	„	13%	„

Die Normenforderung wurde somit von 97% der Pappen erfüllt.

Aufnahmefähigkeit für Anthrazenöl.

Die Normen fordern, daß die Rohpappe bei Zimmerwärme und festgelegter Versuchsausführung in 5 Min. mindestens 120% Anthrazenöl aufnimmt; geprüft wurden 63 Rohpappen.

5%	der	Pappen	nahmen	80	bis	99%	Anthrazenöl	auf
14%	„	„	„	100	„	119%	„	„
30%	„	„	„	120	„	149%	„	„
33%	„	„	„	150	„	169%	„	„
8%	„	„	„	170	„	199%	„	„
10%	„	„	„	200	„	230%	„	„

Die Normenforderung wurde somit von 81% der Pappen erfüllt.

Festigkeit.

Nach den Normen sollen Rohpappen von 333 g/qm aufwärts in der Längsrichtung bei 15 mm Streifenbreite mindestens 4 kg Bruchlast aufweisen; geprüft wurden 59 Pappen.

Bruchlasten	von	2	bis	2,9	kg	hatten	2%	der Pappen
„	„	3	„	3,9	„	„	11%	„ „
„	„	4	„	4,9	„	„	21%	„ „
„	„	5	„	5,9	„	„	13%	„ „
„	„	6	„	6,9	„	„	19%	„ „
„	„	7	„	7,9	„	„	17%	„ „
„	„	8	„	8,9	„	„	11%	„ „
„	„	9	„	9,9	„	„	2%	„ „
„	„	10	„	12	„	„	4%	„ „

Digitized by Google

Die Normenforderung wurde somit von 87% der Pappen erfüllt.

Bei der Erörterung über die Erhöhung der Festigkeit darf nicht außer acht gelassen werden, daß Festigkeit und Aufnahmefähigkeit für Anthrazenöl in Wechselwirkung zueinander stehen; je mehr die Pappe auf Erzielung hoher Festigkeitswerte gearbeitet wird, um so geringer wird ihr Aufnahmevermögen für Öl und umgekehrt; man muß also bei der Festsetzung eines neuen Festigkeitswertes auf das Aufsaugevermögen der Pappe Rücksicht nehmen.

Nachstehende Zusammenstellung zeigt für 57 gleichzeitig auf Festigkeit und Ölaufnahme geprüfte Pappen die Beziehung zwischen diesen Eigenschaften. Die Forderung von mindestens

4 kg	Festigkeit	u.	120%	Ölaufnahme	erfüllten	77%	der	Pappen
5 „	„	„	120%	„	„	70%	„	„
6 „	„	„	120%	„	„	54%	„	„
4 kg	Festigkeit	u.	150%	Ölaufnahme	erfüllten	44%	der	Pappen
5 „	„	„	150%	„	„	40%	„	„
6 „	„	„	150%	„	„	28%	„	„
4 kg	Festigkeit	u.	170%	Ölaufnahme	erfüllten	14%	der	Pappen
5 „	„	„	170%	„	„	10%	„	„
6 „	„	„	170%	„	„	7%	„	„

Es wird nun bei den weiteren Beratungen zu entscheiden sein, ob man der Festigkeit größere Bedeutung beimißt als der Ölaufnahme oder umgekehrt.

Ermittelung der Lichtechtheit farbiger Papiere durch Belichtung mit der Quarz-Quecksilberlampe[1].

Von **G. Dalén** und **P. Wilke.**

Als lichtecht bezeichnet man die Färbungen, welche dem direkten Sonnenlicht und dem Tageslicht großen Widerstand entgegensetzen. Der Grad der Lichtechtheit wird in der Weise ermittelt, daß man die Zeit feststellt, die nötig ist, um eine deutlich wahrnehmbare Änderung der Färbung hervorzurufen und dann durch weiteres Belichten die Zunahme der Farbänderung beobachtet. Lichtecht gefärbte Papiere müssen mehrere Stunden dem direkten Sonnenlicht oder wochenlang dem Tageslicht ausgesetzt werden können, ohne ein Verschießen der Farbe sicher erkennen zu lassen. Nicht lichtechte Färbungen können sich in der Sonne schon nach 10 Min., in zerstreutem Licht nach wenigen Stunden deutlich ändern.

Leider ist die Einwirkung des direkten Sonnenlichtes und des Tageslichtes sehr stark von dem Höhenstand der Sonne, also von der Jahres- und Tageszeit, der Höhenlage des Beobachtungsortes und der Reinheit der Luft abhängig. Zu verschiedenen Zeiten und an verschiedenen Orten und unter verschiedenen meteorologischen Bedingungen ausgeführte Belichtungsversuche liefern deshalb keine miteinander streng vergleichbaren Ergebnisse.

Für die Praxis ist es besonders störend, daß in den Wintermonaten die Anzahl der Sonnenscheinstunden sehr gering und die Wirkung des Sonnen- und Tageslichtes so schwach ist, daß die Belichtungsversuche sehr lange Zeit in Anspruch nehmen. Um auch während dieser Zeit Belichtungsversuche schneller ausführen zu können, wird seit 1904 im Amt eine Bogenlampe mit langem Lichtbogen verwendet, die ein an chemisch wirksamen Strahlen besonders reiches Licht liefert. Da aber bei dieser Lampe die Kohle in einem Glaszylinder brennen muß, der einen erheblichen Teil der wirksamen Strahlen absorbiert, das Glas außerdem sehr bald trübe wird, so ist ihre Wirkung gering und schwer zu beurteilen, wenn nicht neben der zu untersuchenden Probe eine zweite von bekannter Lichtechtheit mitgeprüft wird. Wegen der geringen Wirksamkeit und des großen Stromverbrauches kam die Verwendung dieser Lampe nur als Notbehelf während der kürzesten Wintertage in Frage.

Aussichtsvoller schien die Verwendung der Heraeusschen Quarz-Quecksilberlampe, welche ein an chemisch wirksamen Strahlen (ultravioletten) reiches Licht liefert. Diese Lampe wurde im Amt gelegentlich zur Ermittlung der Lichtechtheit von gefärbten Textilstoffen verwendet; es wurde hierbei festgestellt, daß die Wirkung ihres Lichtes nicht immer mit der des Sonnenlichtes übereinstimmte (siehe hierüber die Arbeit von Prof. Heermann und Dr. Sommer, Leipziger Monatschrift für Textilindustrie 1925, Heft 3). Da aber die Verhältnisse bei Papier etwas anders liegen als bei Stoffen, so wurden auf Anregung des Industriebeirates der Abteilung für Papier und Textilien Versuche in Angriff genommen, um festzustellen, ob bei Belichtung gefärbter Papiere mit der erwähnten Lampe die gleichen oder wenigstens annähernd gleichen Ergebnisse erhalten werden wie durch Belichtung in der Sonne oder in zerstreutem Tageslicht; hierbei war festzustellen, welche Zeitdauer für die Belichtung mit der Lampe nötig ist und welche Versuchsbedingungen zweckmäßig innezuhalten sind.

Das für die Versuche nötige Material, 51 verschieden gefärbte Papiersorten, wurde durch Vermittlung des Industriebeirates von drei Papierfabriken geliefert. Über die zum Färben dieser Papiere verwendeten Farben, wohl die Mehrzahl der in der Papierindustrie überhaupt zur Verwendung kommenden, können im Interesse der Fabriken Angaben nicht gemacht werden, somit auch nicht über die Lichtechtheit bestimmter Farben. Im vorliegenden Fall handelt es sich ja aber darum auch nicht, sondern um den Vergleich der Wirkung des Quarzlampenlichtes mit dem Sonnen- und Tageslicht.

Um die Augen vor dem intensiven Licht der Lampe zu schützen, wurde sie in einem mit Ventilation versehenen Holzumbau aufgestellt. Der während der ersten Brennstunden auftretende, von aktivierter Luft herrührende starke Geruch nahm allmählich ab und ist, nachdem die Lampe längere Zeit (etwa 500 St.) gebrannt hat, nur schwach. Auf die Farben scheint die aktivierte Luft

[1] Original: Papier-Ztg., Papierfabrikant, Wochenbl. f. Papierfabrikation 1928.

Digitized by Google

allein keinen merkbaren Einfluß auszuüben; jedenfalls zeigten sehr lichtempfindliche Farben, wenn sie nicht direkt von den Lichtstrahlen getroffen wurden, auch nach 6 St. keine Änderung.

Vor der Belichtung der 51 Papiere wurden einige Versuche zur Feststellung der günstigsten Entfernung der Probestücke von der Lampe vorgenommen, und es wurde weiter ermittelt, welche Temperaturen in den verschiedenen Entfernungen herrschen. Zu diesem Zweck wurden mit Methylviolettlösung getränkte Seidenpapierstreifen in 8, 16, 32 und 48 cm Entfernung von der Lampe belichtet. Bei 8 cm wurde 10 Min., bei den übrigen Entfernungen unter zeitweiser Beobachtung so lange belichtet, bis die Farbenänderung der bei 8 cm und 10 Min. erzielten etwa gleich war.

Da die Farbänderung ganz allmählich vor sich geht und das Auge nicht fähig ist, diese Änderung von Minute zu Minute zu verfolgen, so konnten für die Zeiten nur Grenzwerte festgestellt werden. Bei dem unteren Grenzwert war die Farbänderung etwas geringer, bei dem oberen etwas größer als nach 10 Min. bei 8 cm Abstand. In der nachstehenden Tabelle sind die Grenzwerte der Belichtungszeiten, die den Quadraten der Abstände proportionalen Belichtungszeiten, sowie die entsprechenden am Thermometer mit geschwärzter und ungeschwärzter Kugel abgelesenen Temperaturen zusammengestellt.

Tabelle 1.

Entfernung der Proben von der Lampe	Belichtungszeiten mit gleicher farbenzerstörender Wirkung		Den Quadraten der Entfernungen proportionale Zeiten	Temperaturen, abgelesen am Thermometer mit	
	unterer Grenzwert	oberer Grenzwert		geschwärzter Kugel	ungeschwärzter Kugel
cm	Minuten	Minuten	Minuten	°C	°C
a	b	c	d	e	f
8	10	10	10	66	61
16 (= 2·8)	30	45	40	45	42
32 (= 4·8)	135	180	160	35	33
48 (= 6·8)	345	405	360	32	28

Wie aus der Tabelle ersichtlich, liegen die Grenzwerte ziemlich weit auseinander, aber bei allen Entfernungen liegen die Zeitwerte, welche den Quadraten der Entfernungen proportional sind, zwischen den unteren und oberen Grenzwerten. Versuche mit anderen Farben lieferten dasselbe Ergebnis, nur lagen die Grenzwerte noch weiter auseinander. Die Abnahme der Wirkung des Lampenlichtes auf die Farben bei zunehmender Entfernung würde demnach nach denselben Gesetzen erfolgen wie die Abnahme der Lichtstärke. Bei der Beurteilung der Wirkung des Lampenlichtes in verschiedener Entfernung müssen aber die verschiedenen Temperaturen (Tabelle 1, Reihe e und f), sowie das von diesen abhängige verschiedene Austrocknen der Papierproben berücksichtigt werden. Nach $^1/_2$stündiger Belichtung verlor z. B. ein Papier, welches bei 65% Luftfeuchtigkeit 7,1% Wasser enthielt, in 16 cm Entfernung 4,5%, in 48 cm aber nur 2,3% Wasser.

Daß Temperatur und Feuchtigkeitsgehalt der Probe die Lichtwirkung beeinflussen, dürfte nicht zu bezweifeln sein, aber in welcher Weise und bis zu welchem Grade, hat sich durch die bisher ausgeführten Versuche nicht sicher feststellen lassen. Bei einem Fühlversuch wurden in zwei mit Quarzfenstern versehenen kleinen Kammern Stücke eines gefärbten Papiers an den Rückwänden (etwa 1 cm vom Quarzfenster entfernt) angebracht. Durch eine Kammer wurde Luft mit etwa 40% Feuchtigkeit, durch die andere absolut feuchte Luft geleitet. Beide Kammern wurden gleichzeitig und in gleicher Entfernung von der Lampe belichtet. Nach längerer Belichtung und darauffolgender mehrtägiger Aufbewahrung bei Lichtabschluß wurden die Proben verglichen; dabei wurde festgestellt, daß sie im Vergleich zueinander kleine Verschiedenheiten zeigten; die in feuchter Luft belichtete Probe schien an der Oberfläche etwas rauher, die Farbe etwas mehr angegriffen zu sein als die in trockener Luft belichtete, bei welcher die Wirkung des Lichtes mehr in die Tiefe gegangen war, so daß auch die Farbe auf der Rückseite des Papiers eine schwache Änderung zeigte. Verglich man aber die Abschnitte mit der unbelichteten Probe, so konnte nicht mit Sicherheit festgestellt werden, bei welcher die Belichtung stärker gewirkt hatte. Durch direkte Belichtung (ohne Verwendung der Quarzscheibe) der von der Rückseite mit feuchter bzw. trockener Luft bespülten Proben konnten auch keine einwandfreien Ergebnisse erhalten werden.

Durch Verwendung sehr lichtempfindlicher Färbungen oder durch erhöhte Belichtungszeit wird es bei später vorzunehmenden Versuchen vielleicht möglich sein, zu einem sicheren Ergebnis zu kommen.

Auf Grund der Vorversuche wurde als geeignete Entfernung der Proben von der Lampe der Abstand von 16 cm gewählt. Die Temperatur, welcher die Proben in dieser Entfernung ausgesetzt sind, entspricht etwa der, die sie in den Sommermonaten im direkten Sonnenlicht annehmen. Für die Belichtungsversuche genügt bei dieser Entfernung eine verhältnismäßig kurze Zeit, und durch Anbringen der Proben auf einem Kreisbogen mit 16 cm Radius und der Lampe als Mittelpunkt kann eine große Anzahl Papiere gleichzeitig belichtet werden.

Mit der Lampe wurden die Proben 10, 20, 30 Min. und 1, $1^1/_2$, 2, $2^1/_2$, 3, 4 und 6 St. belichtet. Da sich beim Vergleich der belichteten mit den unbelichteten Proben herausstellte, daß es nicht möglich war, die Einwirkung kleiner Zeitabschnitte zu unterscheiden, so wurden für die Zusammenstellung der Ergebnisse nur vier Belichtungszeiten: $^1/_3$, 1, 2 und 4 St. verwertet. Nach 4stündiger Belichtung war die Weiteränderung so gering, daß eine längere Belichtungszeit zwecklos gewesen wäre. Da sich während der Vorversuche herausgestellt hatte, daß die Wirkung der Lampe während der ersten Brennstunden merkbar abnahm und anzunehmen war, daß diese Abnahme nach weiteren Brennstunden sich verringern würde, so erschien es nicht ratsam, eine sich über längere Zeit erstreckende Versuchsreihe sofort in Angriff zu nehmen, sondern erst abzuwarten, bis ein gewisses Gleichgewicht in der Wirkung der Lampe eingetreten war. Nachdem die Lampe etwa 200 St. gebrannt hatte, war ihre Wirkung auf etwa die Hälfte heruntergegangen, d. h. sie brauchte für dieselbe Wirkung etwa die doppelte Zeit wie innerhalb der ersten zehn Brennstunden. Eine weitere Abnahme der Wirkung fand natürlich statt, aber für die bei der Versuchsreihe nötigen Brennstunden war diese zu gering, um einen

Digitized by Google

Einfluß auf das Ergebnis auszuüben. Für die Beurteilung des Grades der Farbenänderung wurde verschieden vorgegangen. Zunächst wurde der Grad der Änderung mit den Zahlen 0 bis 8 bezeichnet. Da aber bei Verwendung von Zahlen die Neigung besteht, diese als Größen und nicht als Ordnungszahlen zu betrachten, so wurde auf Buchstaben übergegangen: a = unverändert, b = schwach verändert, c = stark verändert und d = sehr stark verändert. Da der Vergleich von zwei Personen und außerdem wiederholt bei verschiedenem Tageslicht vorgenommen wurde und hierbei Verschiedenheiten in der Beurteilung nicht zu vermeiden waren, so war es notwendig, Zwischenstufen: a bis b, b bis c und c bis d einzuführen, damit dieser wechselnden Beurteilung Rechnung getragen werden konnte.

Für den Vergleich der Lichtwirkung der Quarzlampe mit der des Sonnenlichtes wurden diese Proben 1, 3, 9 und 18 St. ohne Bedeckung mit Glas der Einwirkung der Sonnenstrahlen ausgesetzt. Die Belichtung erfolgte im Mai 1926 in der Zeit zwischen 10 und 2 Uhr. Die Proben wurden im Freien so aufgestellt, daß die Sonnenstrahlen um 12 Uhr senkrecht auf sie fielen.

Tabelle 2.

Papier Nr.	Stoff	Lampenlicht Stunden				Sonnenlicht Stunden				Tageslicht	
		1/8	1	2	4	1	3	9	18	20 Tage	60 Tage
1	Holzfrei	b	b—c	c	d	a—b	b	b—c	c	a—b	b
2	„	a	b	b—c	c	a	b	b—c	c	b	b
3	„	a	b	b	b—c	a	b	b	b—c	b	b
4	„	a	a—b	b	b—c	a	a—b	b	b—c	b	b
5	„	a	a—b	b	b	a	a—b	a—b	b	a—b	a—b
6	„	a	a—b	b	b—c	a	a—b	a—b	b	a	a
7	„	a	a—b	b	b	a	a	a—b	b	a—b	a—b
8	Holzhaltig	a—b	b	b—c	c	a	a—b	b—c	c	b	b—c
9	„	a	b	c	c	b	b—c	c	c—d	b	c
10	„	b	b—c	c	c	a—b	b—c	c—d	c—d	b	c
11	„	b	b—c	c	c	b	c	c—d	c—d	b—c	c—d
12	„	a	a	a	a—b	a	a—b	b	b	a—b	b
13	„	a—b	b	b—c	c	a—b	b—c	c	c—d	b	c—d
14	„	a—b	b—c	c	c—d	a—b	b—c	c	d	c	d
15	„	a	a—b	a—b	a—b	a—b	b—c	b—c	b—c	c	c
16	„	b	b—c	c	c	b	c	c—d	d	c	d
17	„	b—c	c	c	d	b—c	c—d	d	d	c	d
18	„	b	c	c	c—d	b—c	c—d	d	d	c	d
19	Holzzellstoff Holzschliff 20%	a	b	b—c	c	a	b	b—c	c	b	b—c
20	„	a	a—b	b	c	a	a—b	b—c	c	b	b
21	„	a—b	b	b—c	c	a—b	b—c	c	c—d	c	d
22	Holzzellstoff Holzschliff 5—10%	a	a—b	a—b	b	a	a—b	b	b—c	b	b
23	Holzzellstoff	a	a—b	b	c	a	a—b	b	b—c	b	b
24	Pergamyn	a—b	b	b—c	c	a—b	b—c	c	c—d	b	c
25	„	a	a—b	b	b—c	a	a—b	b	b	b	b
26	„	a—b	b—c	c	c—d	a—b	b	d	d	c	d
27	„	a	b	c	d	a	b	c—d	d	c	d
28	„	a	b	c	c—d	a	b	c—d	c—d	c	d
29	„	a	a—b	b	b—c	a	a	b	b—c	a—b	b
30	„	a	b	c	d	a—b	b	c—d	d	b—c	c—d
31	„	a—b	b	b—c	c	a—b	b	c—d	d	c	d
32	„	a	a—b	b	b—c	a	a—b	b—c	c	b	c
33	„	a	a—b	b	b—c	a	a	b	b—c	a	a—b
34	„	a	a—b	b	b—c	a	a	a—b	b—c	a—b	a—b
35	„	a	a	b	b—c	a	b	b—c	c	b—c	c—d
36	„	a	a—b	b—c	c	a—b	a—b	b—c	c	b—c	c—d
37	„	a	a—b	b	b	a	a—b	a—b	b	b	c
38	„	a	a—b	b	b—c	a	a—b	b	c	b	c—d
39	„	a	a	a—b	b	a	a	b	b—c	a—b	b
40	Holzzellstoff Lumpen	a	a	a	a	a	a—b	a—b	a—b	a—b	a—b
41	„	a	a	a	a—b	a	a	a—b	b	b	b
42	„	a	a	a—b	b	a—b	b	b	c	b	b
43	„	a	a	a	a	a	a	a	a	a	a
44	„	a	a	a	a—b	a	a	a	a	a—b	a—b
45	„	a	a	a	a—b	a	a	a	a	a	a
46	„	a	a	a	a—b	a	a—b	a—b	a—b	a	a
47	„	a	a—b	b	b—c	a—b	a—b	b	b—c	b	b—c
48	„	b	c—d	d	d	b—c	c	c—d	d	c—d	d
49	„	a	a	a	a—b	a	a	a	a	a	a
50	„	a	a	a	a	a—b	a—b	a—b	a—b	a—b	a—b
51	„	a	a	a—b	b	a—b	a—b	b	b	a—b	b

Digitized by Google

Um auch die Wirkung von schwachem Tageslicht festzustellen, wurden die 51 Proben in den Monaten November und Dezember während 20 und 60 Tagen belichtet.

Die Ergebnisse sämtlicher Versuche sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Um die Ergebnisse leichter übersehen zu können, sind sie in den Tabellen 3 und 4 zusammengezogen und geordnet. Tabelle 3 gibt eine allgemeine Übersicht von dem Verhalten der gefärbten Papiere im Lampen-, Sonnen- und Tageslicht.

Tabelle 3.
Verteilung der 51 Papiere auf die Vergilbungsstufen a—d und die verschiedenen Belichtungszeiten.

Vergilbungsstufen	Lampenlicht				Sonnenlicht				Tageslicht	
	Stunden Belichtung				Stunden Belichtung				Tage	
	1/3	1	2	4	1	3	9	18	20	60
a	37	13	9	3	30	10	4	4	6	5
a bis b	7	17	5	7	15	18	9	3	11	7
b	6	12	16	7	3	11	13	8	19	14
b bis c	1	6	8	11	3	7	9	10	4	3
c	—	2	12	14	—	3	5	10	10	6
c bis d	—	1	—	4	—	2	8	7	1	6
d	—	—	1	5	—	—	3	9	—	10

vergleichenden Lichtarten gleich zahlreich wären. Hierfür wäre jedoch eine viel größere Anzahl Belichtungsstufen nötig gewesen. Aber auch so, wie die Vergleiche jetzt angestellt wurden, sind bei den 51 gefärbten Papieren in keinem Falle auffallende Unterschiede in der Wirkung des Lampen- und des direkten Sonnenlichtes gefunden worden.

Erheblich größer und zahlreicher sind die Unterschiede beim Vergleich der Wirkung von Lampen- und Tageslicht, aber ähnlich große Abweichungen findet man auch, wenn man die Wirkung des Sonnenlichtes mit der des Tageslichtes vergleicht. Das von den anderen Lichtwirkungen abweichende Verhalten des Tageslichtes dürfte zum großen Teil darauf zurückzuführen sein, daß die nach Norden zwischen Doppelfenstern aufgehängten Proben während der langen Belichtungszeit (20 und 60 Tage) durch den ständig wechselnden Feuchtigkeitsgehalt der Luft zwischen den Fenstern beeinflußt worden sind.

Die ausgeführten Versuche haben gezeigt, daß zwar keine völlig parallel verlaufende Wirkung des Lampen- und Sonnenlichtes besteht, aber doch, daß die Unterschiede nicht erheblich sind. Die Änderung in der Wirkung des Lampenlichtes ist ein Übelstand, aber sie ist

Tabelle 4. Vergleich der Lichtwirkung bei verschiedenen Belichtungsintervallen.

Abweichungen um Vergilbungsstufen	Lampe 1/3 Std. Sonne 1 Std.	Lampe 1 Std. Sonne 1 Std.	Lampe 1 Std. Sonne 3 Std.	Lampe 2 Std. Sonne 3 Std.	Lampe 2 Std. Sonne 9 Std.	Lampe 4 Std. Sonne 18 Std.	Lampe 1 Std. Tageslicht 20 Tage	Lampe 2 Std. Tageslicht 20 Tage	Sonne 9 Std. Tageslicht 60 Tage	Sonne 18 St. Tageslicht 60 Tage
keine	38	14	27	14	18	22	19	23	27	21
1/2 Stufe	12	26	22	24	29	24	22	21	18	22
1 Stufe	1	11	2	13	6	5	8	5	4	8
1 1/2 Stufen	—	—	—	—	—	—	2	2	2	—
Stärker gewirkt hat: Lampe	3	37	8	29	9	7	4	17	Sonne 7	Sonne 22
Stärker gewirkt hat: Sonne	10	0	16	3	26	22	Tageslicht 28	Tageslicht 11	Tageslicht 17	Tageslicht 8

Aus Tabelle 4 ist ersichtlich, in wieviel Fällen die verschiedenen Lichtarten für bestimmte Zeiträume gleiche Wirkung ausgeübt haben und wie häufig und wie groß die Abweichungen waren. Die beiden untersten Reihen zeigen an, in wieviel Fällen die eine oder andere Lichtart bei den gewählten Vergleichszeiten mehr eingewirkt hat. Die Wahl der Vergleichszeiten ist natürlich etwas willkürlich. Als maßgebend sind die Zeiten angenommen worden, bei denen die größte Übereinstimmung vorhanden war. Demnach wären die Zeiten: 1/3 St. Lampenlicht mit 1 St. Sonnenlicht oder 1 St. Lampenlicht mit 3 St. Sonnenlicht und 2 St. Lampenlicht mit 20 Tagen Tageslicht zu vergleichen. Besser würde die Übereinstimmung sein, wenn es gelänge, die Zeiten so abzupassen, daß die Abweichungen nach oben und unten für die zu nur in den ersten 10 bis 20 Brennstunden erheblich, später erfolgt sie so langsam, daß sie keine praktische Bedeutung mehr hat. Berücksichtigt man, daß auch das Sonnenlicht je nach Jahres- und Tageszeit und örtlichen Verhältnissen verschiedene Ergebnisse liefert, so dürften bei Lichtechtheitsprüfungen von gefärbten Papieren keine Bedenken gegen die Verwendung des Quarz-Quecksilberlampenlichtes als Ersatz für das Sonnenlicht in den Fällen bestehen, wenn letzteres nicht wirksam genug ist. Mit der Lampe können die Belichtungsversuche zu jeder Zeit vorgenommen werden, die Ergebnisse werden in kurzer Zeit erhalten, und die Wahrscheinlichkeit, daß diese von dem mittels Sonnenbelichtung erhaltenen Ergebnisse in praktisch bemerkenswertem Grade abweichen, ist sehr gering.

Digitized by Google

Sklerenchym in Strohzellstoffen.

Von **R. Korn.**

In den unten aufgeführten Papier-Fachzeitschriften[1] hat das Amt eine Mitteilung veröffentlicht, die sich mit aus Strohzellstoff herrührenden Sklerenchymflecken in Papier befaßt. Auf die Art dieser Flecke ist dort näher eingegangen worden; zur nochmaligen Veranschaulichung diene die nachstehende Abb. 1, in der die verschiedene Form einzelner Sklerenchymzellen zum Ausdruck kommt.

Bei der Veröffentlichung handelte es sich um die Frage, ob für das Auftreten von Sklerenchymflecken in Papier der Zellstoff- oder der Papierfabrikant verantwortlich sei. Die Meinungen der Mitglieder des um seine Ansicht befragten Beirates für die Papierabteilung des Amtes zeigten keine Übereinstimmung; teils wurde der Standpunkt vertreten, daß eine vollkommene Auflösung der im Stroh enthaltenen Sklerenchymgewebe mit den üblichen Einrichtungen der Zellstoff-Fabrikation weder auf chemischem noch mechanischem Wege möglich, daß aber die Fleckenbildung im Papier durch entsprechende Kollergang- und Mahlarbeit in der Papierfabrik zu vermeiden sei. Demgegenüber war die Meinung vertreten, daß größere Mengen von Sklerenchymkomplexen in einem „prima Strohzellstoff" nicht vorhanden sein dürfen, da ihre Zerteilung oder Ausscheidung durch geeignete Maßnahmen während der Papierherstellung unmöglich sei.

Zur weiteren Klärung dieser Frage sollte festgestellt werden: 1. Gibt es handelsübliche, gebleichte Strohzellstoffe, die kein Sklerenchym[2] enthalten? 2. Sind in den verschiedenen Fabrikaten wesentliche Unterschiede hinsichtlich des Vorkommens von Sklerenchym vorhanden?

Zum Vergleich dienten Strohzellstoffe aus 12 deutschen Betrieben. Die Versuche wurden in nachstehender Weise ausgeführt: Je 300 g der lufttrockenen Proben wurden 18 St. in kaltem Wasser aufgeweicht und danach 30 Min. im Versuchsholländer bei gehobener Walze aufgeschlagen. Aus dem Stoff wurden Bogen von 20 × 25 cm geschöpft, wobei ein Absetzen der Sklerenchymteilchen durch sorgfältiges Rühren des Stoffes verhindert wurde. Die auf einem mit Dampf geheizten Zylinder getrockneten Bogen wurden unter gleichem Druck zwischen Zinkplatten in der Weise gepreßt, daß zwischen der einen Platte und dem Bogen ein Blatt Löschpapier gelegt wurde. Das im Papier vorhandene Sklerenchym drückte sich dabei auf der dem Löschpapier zugewandten Seite heraus und wurde dadurch sichtbar. Aus den so hergestellten Bogen jeder Strohzellstoffprobe wurden 5 Bogen von gleichem Gewicht (etwa 90 g/cm) ausgewählt und die darauf befindlichen Sklerenchymflecke mit Bleistift umkreist und gezählt. Die Identifizierung der Flecke erfolgte durch mikroskopische Prüfung von Stichproben. Dabei wurde so verfahren, daß aus jedem Bogen ein 1—2 cm breiter Streifen in diagonaler Richtung entnommen und sämtliche darauf vorhandenen Flecke geprüft wurden. Zur endgültigen Feststellung der Sklerenchymmenge wurde der durch Auszählen der

Lfd. Nr.	Zellstoffproben: Kochverfahren nach Angabe des Herstellers	Zellstoffproben: Vorkommen von unvollkommen aufgeschlossenen Bestandteilen im mikroskopischen Bilde	Anzahl der Flecke in 5 Bogen	Stichproben: Anzahl der untersuchten Flecke	Stichproben: Anzahl der Sklerenchym enthaltenden Flecke	Anzahl der Sklerenchymteilchen berechnet aus d im Verhältnis von e:f: in 5 Bogen	Anzahl der Sklerenchymteilchen berechnet aus d im Verhältnis von e:f: bezogen auf 1 qdm	Gruppeneinteilung nach Gehalt an Sklerenchym
a	b	c	d	e	f	g	h	i
1	Sulfat	Strohteilchen, Faserbündel und Parenchymgewebe	2386	97	95	2337	93	I
2	„	Faserbündel (häufig) und Parenchymgewebe	1528	73	72	1507	60	
3	„	Einzelne Faserbündel und Parenchymgewebe	991	64	62	960	38	II
4	„	desgl.	932	69	68	918	37	
4 Wiederholung	„	„	889	66	64	862	34	
5	Natron	Faserbündel (häufig) und Parenchymgewebe	808	59	57	781	31	
6	Sulfat	Strohteilchen, Faserbündel und Parenchymgewebe	1078	86	59	740	30	
7	„	Einzelne Faserbündel und Parenchymgewebe	762	62	53	651	26	
8	Natron	desgl.	814	78	48	501	20	III
9	Sulfat	„	553	68	51	415	17	
10	Natron	„	353	51	40	277	11	
11	„	„	1859	96	11	213	9	
12	„	„	34	34	1	1	0,04	IV
12 Wiederholung	„	„	21	21	0	0	0	

[1] Zellstoff u. Papier 1927, Nr. 6, S. 237; Wochenbl. f. Papierfabrikation 1927, Nr. 23, S. 714; Papierfabrikant 1927, H. 26, S. 411.

[2] Unter der Bezeichnung „Sklerenchym" sollen hier und im Nachstehenden nur Komplexe von Sklerenchymzellen verstanden werden, die ihren natürlichen Zusammenhang noch nicht verloren haben; einzelne isolierte Zellen dieser Art kommen nicht in Betracht, da sie im Papier keine Flecke verursachen.

Digitized by Google

5 Bogen gefundene Wert unter Zugrundelegung der Anzahl der Sklerenchymflecke in den Stichproben umgerechnet und schließlich auf 1 qdm Papier bezogen. Die Ergeb-

Abb. 1. (170 fache Vergrößerung.)

Abb. 2. (50 fache Vergrößerung.)

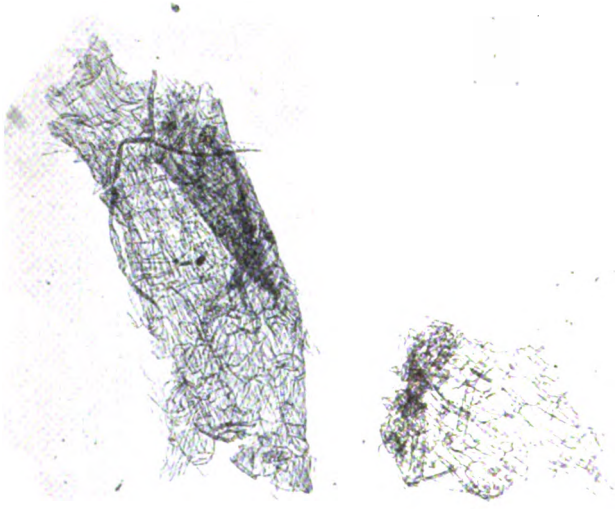


Abb. 3. (50 fache Vergrößerung.)

Abb. 4. (50 fache Vergrößerung.)

nisse der Untersuchungen sind in nachstehender Tabelle zusammengefaßt.

Für die Beurteilung der Tabelle wird darauf hingewiesen, daß die in den Spalten g und h aufgeführten Zahlen mit Rücksicht auf das Ermittlungsverfahren nicht absolute, sondern Vergleichswerte darstellen, die auf Grund gleicher Behandlung der Stoffe und gleicher Beurteilung der Versuchsbogen gefunden wurden. Die Untersuchung von Probe 12 wurde zur Kontrolle doppelt ausgeführt, weil dieser Stoff als einzige der zur Verfügung stehenden Proben als praktisch sklerenchymfrei befunden worden war; die Wiederholung bestätigte das erste Ergebnis. Ferner wurde bei diesem Stoff die mikroskopische Prüfung auf alle Stellen der Versuchsbogen ausgedehnt, die Sklerenchymgehalt vermuten lassen konnten. Zur Feststellung, ob die wiederholte Prüfung ein- und desselben Stoffes annähernd gleiche Ergebnisse lieferte,

Digitized by Google

wurde auch die Untersuchung der Probe 4 zweimal ausgeführt; wie aus der Tabelle ersichtlich, weichen die Ergebnisse dieser beiden Prüfungen nur unerheblich voneinander ab. Soweit bei den Stichproben (vgl. Spalte e und f) nicht Sklerenchym gefunden wurde, handelte es sich um Stoffknoten, unvollkommen aufgeschlossene Strohteilchen, Faserbündel oder Verunreinigungen nichtpflanzlicher Art.

Die Ergebnisse der im Vorstehenden geschilderten Untersuchungen lassen sich dahin zusammenfassen, daß sich nur eine der 12 Proben als praktisch frei von Sklerenchym erwies, in den anderen Stoffen hingegen Komplexe in verschiedenen Mengen (9—93 pro qdm Papier) und in verschiedener Größe gefunden wurden, wobei die Größe der Sklerenchymteilchen im allgemeinen mit der Menge zunimmt; die Stoffe 1—6 enthalten neben kleinen auch vielfach größere Komplexe, 7—9 selten große, 10—12 nur kleine. Eine Einteilung der Proben nach dem Gehalt an Sklerenchym kann in der aus der Tabelle ersichtlichen Weise erfolgen, wonach Gruppe I zwei Stoffe mit hohem, Gruppe II fünf Stoffe mit mittlerem, Gruppe III vier Stoffe mit geringem Sklerenchymgehalt umfaßt, während zur Gruppe IV nur der eine sklerenchymfreie Stoff gehört.

Schließlich sollte noch untersucht werden, ob Zusammenhänge zwischen dem Vorhandensein und der Menge von Sklerenchym einerseits und dem Kochverfahren und Aufschlußgrad der Stoffe andererseits beständen. Das von den Herstellern der Proben angegebene Aufschlußverfahren ist in Spalte b aufgeführt, Spalte c enthält den mikroskopischen Befund der Proben hinsichtlich Vorkommens von unvollständig aufgeschlossenen Bestandteilen. Die Stoffe 1 und 6 unterscheiden sich von den übrigen Proben dadurch, daß sie neben Bastfaserbündeln (Abb. 2) und zusammenhängendem Parenchymgewebe (Abb. 3) auch noch unaufgelöste Strohteilchen (Abb. 4) enthalten; in den Proben 2 und 5 wurden Faserbündel und Parenchymgewebe häufig, in den übrigen Stoffen nur selten vorgefunden. Der Umstand, daß sich unter den fünf Stoffen der Gruppen III und IV, die wenig oder kein Sklerenchym enthalten, 4 Natronstoffe mit nur wenig unvollständig gelösten Faserbestandteilen befinden, scheint für einen weitgehenden Aufschlußgrad zugunsten des Natronverfahrens zu sprechen; allgemeine Schlüsse lassen sich jedoch aus diesen Beobachtungen nicht ziehen, da zur Gruppe III auch ein Sulfatstoff gehört und andererseits einige Stoffe der Gruppe II den gleichen Aufschlußgrad zeigen wie die der GruppenIII und IV. Die Ergründung der Ursache des verschiedenen Sklerenchymgehaltes in Strohzellstoffen verschiedener Herkunft würde eine genaue Kenntnis aller Fabrikationsvorgänge in den einzelnen Betrieben erfordern. Da sich Sklerenchym hauptsächlich in den Knoten und Ähren des Strohes vorfindet, dürfte die mehr oder weniger vollkommene Ausscheidung dieser Teile bei der Reinigung des Häcksels eine wesentliche Rolle spielen, desgl. die Art der Aufbereitung des gekochten Strohes; so sollen sich Sklerenchymkomplexe nach Schacht[1] durch Schwemmanlagen, nach Coenen[2] durch Stoffreinigung mit dem Erkensator ziemlich vollkommen ausscheiden lassen.

[1] Papierfabrikant 1927, Jubil.-Heft 52 A, S. 100.
[2] Papierfabrikant 1928, H. 17, S. 260.

Sklerenchymflecke in Papier[1].

Von **R. Korn.**

Beim Mitverarbeiten von Strohzellstoff treten im Papier mitunter Flecke auf, für deren Entstehung zwei Ursachen in Betracht kommen. Häufig handelt es sich um Zusammenballungen von Bastfasern des Strohes, die unter dem Druck der Kalanderwalzen glasig werden und sich dann in der Durchsicht als helle, durchscheinende Pünktchen von dem umgebenden Papier abheben; sie sind in der Praxis unter dem Namen „Strohstippen" bekannt. Die zweite Art von Flecken rührt nicht von den Fasern, sondern von Gewebeteilchen des Sklerenchyms her, die beim Aufschluß des Strohes ihren natürlichen Zusammenhang noch nicht verloren haben und im ungeglätteten Papier als weiße, harte Knötchen zum Vorschein kommen. Nach dem Satinieren sind Sklerenchymflecke als glänzende Stellen sichtbar, wenn man schräg über das Papier hinwegsieht; in der Durchsicht sind sie nur wenig oder nicht durchscheinend. Äußerlich lassen sich beide Fleckenarten nicht immer mit Gewißheit unterscheiden, sicheren Aufschluß gibt nur das Mikroskop. In dem einen Falle wird man nach vorsichtiger Zerteilung des Fleckes auf dem Objektträger ein Knötchen von zusammengerollten Strohfasern vorfinden, im anderen Falle besteht der Kern des Fleckes aus den charakteristisch geformten Sklerenchymzellen. Diese stark verkieselten Elemente haben vorzugsweise in den Knoten des Strohes ihren Sitz, sie werden daher im Zellstoff in um so größeren Mengen vorhanden sein, je mehr Knoten, absichtlich oder infolge ungenügender Sortierung, im Stoff verblieben sind. Zur Fleckenbildung im Papier wird es aber nur dann kommen, wenn Sklerenchym noch in festem Verbande vorliegt. Bei einiger Übung gelingt es, Sklerenchymkomplexe getrennt von den übrigen Faserbestandteilen aus dem Papier auf folgende Weise herauszupräparieren. Der mit Bleistift scharf umgrenzte Fleck wird mit einer kleinen Schere herausgeschnitten und auf dem Objektträger in einen Tropfen einer etwa 2proz. Natronlauge gebracht. Nach einigen Minuten saugt man die Natronlauge ab und ersetzt sie durch Wasser. Übt man nun auf den Fleck einen seitlichen Druck mit Hilfe der Präpariernadeln aus, so spaltet er sich in zwei oder drei Schichten, je nachdem sich das Sklerenchym auf der Oberfläche oder im Innern des Papierblattes befindet. Eine dieser Schichten ist dann, wie sich schon bei geringer Vergrößerung feststellen läßt, das Sklerenchymgewebe, das man auf einen zweiten Objektträger überführen kann, ohne Zerfall befürchten zu müssen. Mitunter ist der Zusammen-

[1] Original: Zellstoff und Papier 1927, S. 237; Papierfabrikant 1927, S. 411; Wochenbl. für Papierfabrikation 1927, S. 714.

Digitized by Google

halt der Zellen so groß, daß eine beabsichtigte Zerteilung mit den Nadeln kaum möglich ist, in anderen Fällen läßt sich der Verband durch Verschieben des aufgelegten Deckgläschens wenigstens teilweise lösen. Abb. 1 zeigt das mikroskopische Bild von Sklerenchym, das in der geschilderten Weise aus einem Fleck herauspräpariert wurde, in 100facher Vergrößerung. Der Bau und die verschiedenen Formen der isolierten Zellen gehen aus Abb. 2 hervor (180fache Vergrößerung).

Kürzlich waren im Amt eine Anzahl Papiere zu untersuchen, die Sklerenchymflecke in großen Mengen aufwiesen; gleichzeitig wurde die Frage aufgeworfen, wer für die Entstehung der Flecken verantwortlich sei.

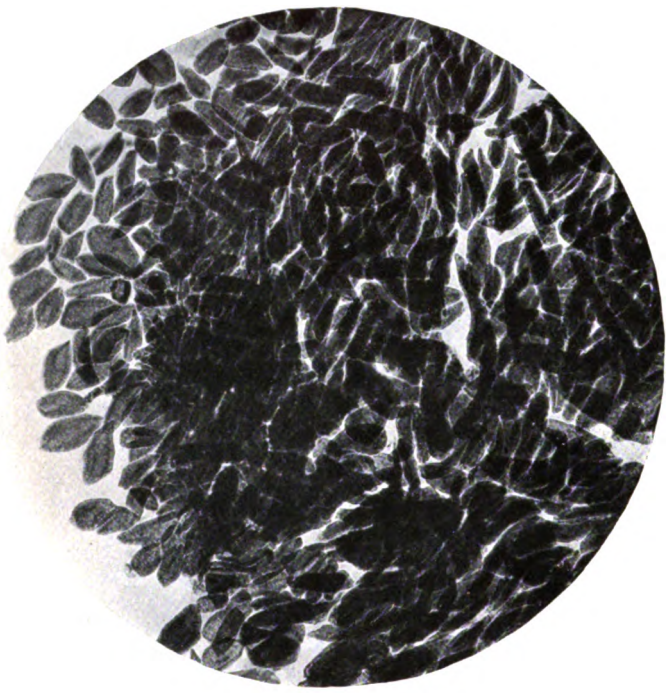


Abb. 1.

Abb. 2.

Eine Strohzellstoffabrik vertrat den Standpunkt, daß die Schuld nicht auf Mängel des Strohzellstoffes zurückzuführen sei, sondern auf unsachgemäße Verarbeitung des Stoffes bei der Papierherstellung; sie behauptete, daß sich bei zu dünnem Eintrag des Stoffes im Holländer die einzelnen Sklerenchymzellen wieder zu Gruppen vereinigen und auf diese Weise die Flecke im Papier verursachen. Eine solche Rückbildung von Gewebeschichten aus Einzelzellen ist natürlich ausgeschlossen. Um jedoch auch das Urteil der Praxis zu hören, wurden dem technischen Beirat für die Papierabteilung des Amtes folgende zwei Fragen unterbreitet:

1. Ist ein Strohzellstoff, der Sklerenchymkomplexe in größeren Mengen enthält, zu beanstanden, oder sind solche Erscheinungen als natürliches und unvermeidliches Vorkommnis zu betrachten?

2. Kann in der Papierfabrik durch geeignete Maßnahmen bei der Verarbeitung eines derartigen Strohzellstoffes Fleckenbildung im Papier vermieden werden?

Da die Beantwortungen dieser Fragen von allgemeinem Interesse sein dürften, sollen sie einzeln im Auszug wiedergegeben werden.

A. Zu 1. „Ich würde die Übernahme und Verarbeitung eines Strohzellstoffes ablehnen, welcher Sklerenchymkomplexe in größeren Mengen enthält. Die Strohzellulose muß so weich gekocht sein, daß Flecke bei guter Vorbereitung im Fertigfabrikat nicht vorkommen."

Zu 2. „Hart gekochter Strohzellstoff kann durch sorgfältige Kollergangsarbeit verbessert werden, so daß die Fleckenbildung stark herabgemindert wird."

B. Zu 1. „Sklerenchymkomplexe werden sich bei der Herstellung von Strohzellstoff nie ganz verhindern lassen. Durch entsprechendes Aufschlußverfahren kann ihr Vorkommen auf ein Mindestmaß herabgedrückt werden."

Zu 2. „Strohzellstoff sollte vor der Verarbeitung im Holländer stets gekollert werden. Wendet man diese Vorsichtsmaßnahme an, dann werden die Strohstippen aufgelöst und Fleckenbildung kann hierdurch nicht entstehen."

C. „Sklerenchymzellen sind immer mehr oder weniger im gebleichten Strohzellstoff anzutreffen, wie ihn die Papierfabrik zur Verarbeitung erhält, gleichviel ob der Stoff der eigenen Herstellung entstammt oder am Markt gekauft wird. Die einzelnen Fäserchen der stark verkieselten und dicken Sklerenchymzellen hängen auch nach dem alkalischen Zellstoffaufschluß immer fest zusammen, und solche Zellstoffbündel sind mit den üblichen und normalen Einrichtungen der Strohzellstoffabrikationen immer nur zum Teil zu zerlegen und zu beseitigen. Die Sklerenchymzellen sind allen chemischen und mechanischen Angriffen gegenüber sehr widerstandsfähig. Am besten sind diese renitenten Zellstoffkörper während des Fabrikationsganges auf nassem Wege im weitgehendsten Maß aus dem Stoff abzusondern. Das gelingt aber nicht völlig. Die Verarbeitung des Strohzellstoffes in der Papierfabrik muß sich deshalb darauf einstellen, solche Zell-

Digitized by Google

stoffbündel entsprechend zu zerfeinern bzw. zu zerteilen, da ihr die Fertigstellung des Ganzzeuges für die Papierherstellung obliegt. Mit einer entsprechenden Kollergangarbeit oder einem ausreichenden Mahlen im geeigneten Ganzzeugholländerbetrieb gelingt es erfahrungsgemäß, die Sklerenchymzellen des Strohzellstoffes so zu zerfasern, daß die Flecken im Papier nicht auftreten. Meiner Beurteilung nach kann die Papierfabrik dem Strohzellstofflieferenten für die Vorkommnisse keinerlei Schuld oder Fehle beimessen."

D. „Strohzellstoff, der feine Stoffknoten, die man ihrer Art nach nicht als ‚Katzen' ansprechen kann, in größeren Mengen enthält, ist mit Recht zu beanstanden, da weder das Kollern noch eine normale Holländerarbeit dieselben genügend zu beseitigen vermag."

E. Zu 1. „Ein Strohzellstoff, der Sklerenchymkomplexe in großer Menge enthält, ist zu beanstanden, denn solche Erscheinungen sind in einem prima Strohstoff nicht als natürliche und unvermeidliche Vorkommnisse zu bezeichnen, dagegen kann ein vereinzeltes Vorkommen solcher Komplexe in einem Sekunda-Strohstoffe toleriert werden."

Zu 2. „Die Papierfabrik ist nicht in der Lage, durch geeignete Maßnahmen bei der Verarbeitung die in Punkt 1 erwähnten Sklerenchymkomplexe im Papier zu vermeiden, wenn solche im Strohstoff enthalten sind. Die Flecke in den beiden bemusterten Papieren sind keineswegs durch Wiedervereinigung solcher Sklerenchymzellen bei dünnem Eintrag im Holländer entstanden, sondern sie sind auf Fehler in der Strohstofferzeugung zurückzuführen, und zwar auf ungenügende Aussortierung der Knoten, ungenügende Kochung und Raffinierung des Strohstoffes. Sind einmal in einem Strohstoff derartige Zellanhäufungen vorhanden, so gelingt es dem Papiermacher weder durch Mahlung im Holländer oder in der Stoffmühle, noch durch allerfeinste Sortierung auf dem Knotenfänger der Papiermaschine, die Unreinheiten aus dem Papierstoff zu entfernen, er müßte denn den Stoff zu Schleim vermahlen, was natürlich zur Erzielung der beabsichtigten Papierqualität unzulässig ist."

Wie aus den vorstehenden Äußerungen zu ersehen ist, gehen die Ansichten sowohl über die Ansprüche, die man an die Reinheit von Strohzellstoff stellen kann, als auch über die Möglichkeit, bei Vorhandensein von Sklerenchym die Fleckenbildung durch geeignete Maßnahmen bei der Papierherstellung zu vermeiden, weit auseinander; eine weitere Aussprache in den Fachzeitschriften wäre daher zur Klärung der Frage sehr erwünscht.

Die Sutermeister-Lösung in der Papiermikroskopie[1].

Von **R. Korn.**

In Amerika befaßt man sich zurzeit mit der Vereinheitlichung der Papierprüfungsverfahren. Das Prüfungskomitee der Technical Association of the Pulp and Paper Industry hat es sich zur Aufgabe gemacht, Standardverfahren auszuarbeiten, die unter der Bezeichnung „Offizielle Tappi-Methoden" bekanntgegeben werden. Bisher sind neun solcher Methoden zur Veröffentlichung gelangt[2], darunter auch die zur Bestimmung der Faserzusammensetzung von Papier. Bei dieser Prüfung soll zur Unterscheidung der Fasergruppen im mikroskopischen Bilde entweder die Herzberg- (Chlorzinkjod-) oder die Sutermeister-Lösung (Kalziumchloridjod) verwendet werden. Im Amte wurde von Dr. Korn nachgeprüft, ob beide Lösungen die gleichen Dienste leisten. Für die Herstellung und Anwendung der Lösung hat Sutermeister folgende Vorschriften gegeben[3].

Lösung A: 1,3 g Jod, 1,8 g Jodkalium, 100 ccm Wasser.

Lösung B: Eine klare, praktisch gesättigte Lösung von Kalziumchlorid.

Nach Anfeuchten der Fasern mit Wasser auf dem Objektträger verwendet man zuerst Lösung A, läßt sie ungefähr eine Minute einwirken, entfernt den Überschuß mit Löschpapier und fügt Lösung B hinzu. Die entstehenden Färbungen werden wie folgt angegeben.

Rot oder bräunlichrot: Baumwolle, Leinen, Hanf, Ramie.

Dunkelblau: Gebleichter Natronzellstoff von Laubhölzern.

Bläulich- oder rötlichviolett: Gebleichte oder vollkommen aufgeschlossene ungebleichte Sulfitfasern.

Grünlich: Jute, Manilahanf und die noch teilweise verholzten Fasern in ungebleichtem Sulfitzellstoff.

Gelb: Holzschliff.

Die beim Arbeiten mit der Lösung gemachten Beobachtungen ergaben folgendes:

1. Mit der Sutermeister-Lösung färbt sich nicht nur gebleichter Natronzellstoff von Laubhölzern dunkelblau, sondern auch Stroh- und Espartozellstoff[1].

2. Im Vergleich mit der Chlorzinkjodlösung ist die Gelbfärbung des Holzschliffes durch die Sutermeister-Lösung stärker und rötlicher, die des Holzzellstoffes im allgemeinen weniger stark blau und mitunter auch graublau. Dies hat zur Folge, daß bei Schätzung der Mengenanteile in Mischungen von Holzschliff und Zellstoff bei Verwendung der Sutermeister-Lösung der Gehalt an Holzschliff überschätzt wird.

3. Lumpenfasern färben sich mit der Sutermeisterlösung bräunlichrot, während die Färbung mit Chlorzinkjod weinrot ist. In einzelnen Fällen, in denen

[1] Original: Zellstoff und Papier 1927, S. 196; Papierfabrikant 1927, S. 246; Wochenbl. Papierfabrikation 1927, S. 446.

[2] Paper Trade J. Bd. 85, Nr. 11, S. 51/55. 1926 und Wochenbl. Papierfabrikation 1926, Nr. 48, S. 1332/35; Nr. 50, S. 1390/91; Nr. 52, S. 1461/62.

[3] Sutermeister: Chemistry of Pulp and Paper Making 1920, S. 390.

[1] Diese beiden Faserarten werden von Sutermeister seltsamerweise überhaupt nicht erwähnt.

Digitized by Google

bei Gemischen von Lumpen und Holzzellstoffen die Lumpenfasern mit Chlorzinkjod eine zu bläuliche Färbung aufweisen, läßt die Sutermeister-Lösung die Lumpenfasern deutlicher hervortreten. Das gleiche gilt bei der Unterscheidung der genannten Fasern in pergamentierten Papieren nach der Behandlung mit Kaliumpermanganat; doch werden in diesem Sonderfall beide Lösungen durch die Chlorzinnjodlösung[1] übertroffen.

Die Sutermeister-Lösung ist daher in einzelnen Fällen mit Vorteil zu verwenden, sie kann jedoch die Chlorzinkjodlösung in ihrer allgemeinen Verwendung in der Fasermikroskopie nicht ersetzen.

[1] Mitt. Materialpr.-Amt 1920, S. 317.

Metallschädliche Bestandteile in Papier.

Von **W. Herzberg.**

Die Feststellung, ob ein Papier Stoffe enthält, die Metall angreifen, erfolgt nicht nur auf analytischem Wege, sondern auch auf dem des praktischen Versuches; die chemische Analyse läßt häufig im Stich, da die schädlichen Stoffe meist nur in Spuren vorhanden sind.

Den ersten Vorschlag zur Prüfung von Papier auf metallschädliche Verbindungen machte Stockmeier, und hiernach wird im Prinzip heute noch verfahren. Das zu untersuchende Papier wird mit dem in Frage kommenden Metall (polierten Stahlplatten, Blattgold, Blattsilber usw.) innig in Berührung gebracht, entweder abwechselnd geschichtet oder fest eingewickelt, und das Ganze eine Zeitlang unter geeigneten Umständen aufbewahrt; von Zeit zu Zeit wird festgestellt, ob das Metall angegriffen ist.

Bei den Versuchen mit Stahlplatten wird im Amt wie folgt verfahren:

Polierte Stahlplatten, von verschiedenen Stahlsorten herrührend, werden teils in das zu prüfende Papier, teils in ein für diese Zwecke stets benutztes Vergleichspapier (reines Filtrierpapier) eingewickelt und bei 90 bis 95% Luftfeuchtigkeit und Zimmerwärme eine Zeitlang aufbewahrt und beobachtet. Auf Vorschlag von Nickel werden hierbei auf beide Seiten der eingewickelten Platten Glasstäbe gelegt und mittels Klemmen fest gegen die Platten gedrückt (Abb. 1). Unter den Glasstäben kommt das Papier in sehr innige Berührung mit

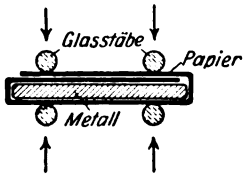


Abb. 1. Versuchsanordnung nach Nickel.

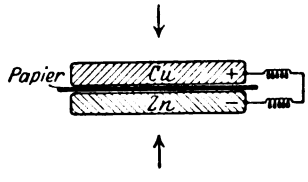


Abb. 2. Versuchsanordnung nach Dalén.

den Platten, so daß Rostflecke hier am ehesten auftreten und früher und sicherer wahrgenommen werden können als die sonst ungleichmäßig über die ganze Platte verteilten Roststippchen. Die Versuchsanordnung ist so getroffen, daß die Feuchtigkeit in den Versuchsglocken nicht auf 100% steigen kann, so daß Tropfenbildung ausgeschlossen ist. Erreicht wird dies dadurch, daß die Glocken, luftdicht abschließend, über einer Schale mit Kaliumkarbonatlösung von etwa 250 g Salz in 750 g Wasser stehen.

Beobachtet wird, ob die Platten in dem Versuchspapier stärker anrosten als im Filtrierpapier; ist dies der Fall, so enthält das Papier Stoffe, die Stahl angreifen können, und es ist daher zum Umhüllen von Stahlwaren nicht geeignet; zeigen die Platten in beiden Papieren gleiches Verhalten, so ist das Papier verwendbar.

Da bei diesen Wickelversuchen zuweilen Wochen vergehen, ehe die Rost- oder Anlauferscheinungen auftreten, so hat Dalén ein Schnellverfahren ausgearbeitet, bei dem ein Stück des Papiers, nachdem es etwa 1 St. in abs. feuchter Luft gelegen hat, mittels einer Metallklemme zwischen eine Kupfer- und eine Zinkplatte fest eingespannt wird (Abb. 2). Die Metallplatten werden vor dem Versuch mit Schmirgelpapier blank gerieben, brauchen aber nicht poliert zu werden; sie bilden mit dem zwischenliegenden Papier ein galvanisches Element, welches durch die Metallklemme kurz geschlossen ist. Statt Kupfer und Zink können auch andere Metalle, die in der elektrischen Spannungsreihe genügend weit auseinanderliegen, verwendet werden.

Je nach der Menge der im Papier enthaltenen schädlichen Bestandteile tritt das Anlaufen der Kupferplatte nach Minuten oder Stunden auf. Bei einem Nadelpapier z. B. war bereits nach 10 Min. deutliches Anlaufen zu beobachten. In der Regel jedoch tritt das Anlaufen, wenn überhaupt, nach etwa 1 St. ein. Reines Papier dagegen veranlaßt auch nach 12 St. noch kein Anlaufen. Für die Praxis dürfte diese einfache Prüfung von Wert sein, weil sie in kurzer Zeit Ergebnisse liefert.

Die Versuche, die Reinheit des Papiers durch Messen der Stärke des elektrischen Stromes oder des Widerstandes festzustellen, haben bisher noch zu keinem sicheren Ergebnis geführt, weil die Dicke des Papiers und die Menge des hygroskopischen Wassers einen zurzeit noch nicht faßbaren Einfluß auf das Ergebnis haben. Außerdem sind für diese Messungen sehr empfindliche und teure Instrumente nötig.

Digitized by Google

Quantitative Bestimmung von Holzschliff in Papier auf chemischem Wege nach Cross, Bevan und Briggs.

Von **R. Korn**[1].

Für die Bestimmung der Anteile verschiedener Faserarten in Papier ist man im allgemeinen auf Schätzung des mikroskopischen Bildes angewiesen. Diese Methode liefert nur Annäherungswerte, die aber um so genauer ausfallen werden, je größer die Übung und Erfahrung ist, über die der Beobachter verfügt. Es hat nicht an Versuchen gefehlt, die subjektive mikroskopische Prüfung durch analytische Verfahren zu ersetzen; besonders ist für die Mengenbeurteilung von Holzschliff in Gemischen mit Holzzellstoff eine größere Anzahl chemischer Methoden in Vorschlag gebracht worden[2], von denen sich jedoch bisher keine einbürgern konnte. Das Verfahren von Cross, Bevan und Briggs[3], das auf der Ermittelung des Phloroglucinabsorptionswertes beruht, wurde im Amt von Korn auf Eignung für die amtliche Papierprüfung einer eingehenden Untersuchung unterworfen. Die Ausführungsbestimmungen für das Verfahren sind folgende:

A. Erforderliche Lösungen:

1. 5,0 g reines Phloroglucin gelöst in 1000 ccm verd. Salzsäure (spez. Gew. 1,06);

2. 2 ccm Formaldehyd (40%) in 1000 ccm verd. Salzsäure (spez. Gew. 1,06).

B. Ausführung: 2 g lufttrockenes, fein zerkleinertes Papier werden bei 100° getrocknet, genau gewogen und in einem Kolben mit 40 ccm Phloroglucinlösung (A 1) übergossen. Der Inhalt des verkorkten Kolbens wird gut durchgeschüttelt und einige Stunden, am besten „über Nacht" stehengelassen; darauf wird die Flüssigkeit durch einen kleinen, im Trichterhals angebrachten Baumwollpfropfen filtriert. Zur Titration mit der Formaldehydlösung (A 2) werden 10 ccm Filtrat entnommen, mit 20 ccm Salzsäure vom spez. Gew. 1,06 verdünnt und auf etwa 70° erwärmt. Die Zugabe der Titrierflüssigkeit erfolgt zunächst in Mengen von je 1 ccm; nach jedem Zusatz wartet man 2 Min. und prüft durch Aufbringen eines Tropfens der Flüssigkeit auf Zeitungsdruckpapier, ob noch unausgefälltes Phloroglucin vorhanden ist, erkennbar an der Entstehung eines roten Fleckes. Nahe am Endpunkt der Reaktion erscheint der rote Fleck immer langsamer auf dem Papier, und man muß schließlich die feuchte Stelle trocknen, indem man sie ungefähr 1 Min. in einer Entfernung von 20 cm über die Flamme eines Bunsenbrenners hält, um den Fleck beobachten zu können. Die Titration ist beendet, wenn kein roter Fleck mehr hervorgerufen wird. Während der gesamten Titration ist die Temperatur auf 70° zu halten.

In gleicher Weise werden 10 ccm der ursprünglichen Phloroglucinlösung (A 1) titriert, die etwa 13 ccm der Aldehydlösung (A 2) entsprechen sollen. Aus der Differenz der beiden Titrationsergebnisse läßt sich die Menge an Phloroglucin, die von 100 g des geprüften Papiers absorbiert wird, berechnen. Diese Zahl wird von Cross, Bevan und Briggs mit „Phloroglucin-Absorptionswert" oder „Phloroglucinzahl" bezeichnet. Wenn der Absorptionswert der trockenen aschenfreien Faser im Papier mit P und der Prozentsatz des Papiers an Holzschliff mit H bezeichnet wird, so errechnet sich dieser nach der Formel:

$$H = \frac{100\ (P - \text{Absorptionswert des Zellstoffes})}{\text{Absorptionswert des Holzschliffes} - \text{Absorptionswert des Zellstoffes}}.$$

Für die Ableitung der Formel kommt in Betracht, daß das von der Papierprobe aufgenommene Phloroglucin sowohl vom Holzschliff als auch vom Zellstoff der Probe absorbiert wird. Die Phloroglucinzahl P, d. h. die von 100 g Papier aufgenommene Menge Phloroglucin, setzt sich demnach zusammen aus dem Teil, der vom Zellstoff und dem Teil, der vom Holzschliff absorbiert wird. Bezeichnet man die in 100 g Papier enthaltene Holzschliffmenge mit H und demzufolge den Zellstoffgehalt mit $100 - H$, so beträgt der auf Holzschliff entfallende Anteil des absorbierten Phloroglucins $\frac{P_2 \cdot H}{100}$, der auf Zellstoff kommende $\frac{P_1(100 - H)}{100}$, wobei unter P_1 der Absorptionswert des Zellstoffes, unter P_2 der des Holzschliffes zu verstehen ist. Die Summe beider Anteile ergibt die Phloroglucinzahl P. Aus der Gleichung

$$P = \frac{P_2 \cdot H}{100} + \frac{P_1(100 - H)}{100} \quad \text{folgt} \quad H = \frac{100(P - P_1)}{P_2 - P_1}.$$

Durch Einsatz der von Cross, Bevan und Briggs gefundenen Mittelwerte der Phloroglucinzahlen, und zwar für Sulfitzellstoff 1, für Holzschliff 8 geht die Formel über in:

$$H = \frac{100(P - 1)}{7}.$$

Es wird von den Autoren noch darauf hingewiesen, daß es sich bei diesem Verfahren um eine empirische Methode handelt und deshalb die Ausführungsvorschriften genau einzuhalten sind, insbesondere die Konzentration der Phloroglucinlösung und das Verhältnis der Phloroglucinlösung zur Fasermenge. Bei der vorgeschriebenen Papiermenge von 2 g ist der Aschengehalt, bei geleimten Papieren außerdem noch 1,5%, bezogen auf das Gewicht des Papiers, für organische Leimsubstanz in Anrechnung zu bringen. Entfernung des Leimes aus dem Papier wird im allgemeinen nicht für erforderlich gehalten und nur für besonders fest geleimte Papiere durch dreimaliges Erwärmen des Musters mit einem Gemisch von Alkohol und Äther empfohlen.

Es leuchtet ohne weiteres ein, daß die geschilderte Methode nur dann zu annähernd richtigen Ergebnissen führen kann, wenn die Phlorogucinzahlen verschiedener Zellstoffsorten einerseits und verschiedener Holzschliff-

[1] Original: Zellstoff und Papier 1927, S. 315; Papierfabrikant 1927, S. 440; Wochenschr. Papierfabrikation 1927, S. 867.

[2] Vgl. Herzberg: Papierprüfung, 5. Aufl., S. 117.

[3] Chem.-Ztg. 1907, Nr. 58, S. 725 und Papier-Ztg. 1907, Nr. 101, S. 4479.

Digitized by Google

arten anderseits untereinander nur wenig abweichen, da bei der Berechnung des Holzschliffgehaltes Mittelwerte zugrunde gelegt werden. Cross, Bevan und Briggs fanden bei allen Arten weißen Holzschliffs praktisch genommen den gleichen Absorptionswert (7,87 bis 8,15), ebenso bei allen vollkommen gekochten Sulfitstoffen (0,9 bis 1,03); sie vermuten jedoch, daß gewisse Unterschiede zu erwarten sind, je nachdem ein Zellstoff stärker oder schwächer gekocht wurde. Das Verfahren ist, soweit aus der Literatur hervorgeht, nur einmal ausführlich, und zwar von Krull und Mandelkow[1] nachgeprüft worden; sie zogen in den Kreis ihrer Untersuchungen vor allem Zellstoffe, die zur Herstellung von Druckpapieren dienten und nach dem Ritter-Kellner-Verfahren aufgeschlossen waren, und fanden für diese Stoffe Phloroglucinzahlen von 1,10 bis 1,57 (im Mittel 1,34), für die geprüften Holzschliffsorten Werte von 7,70 bis 7,92 (im Mittel 7,84).

Beadle und Stevens[2] haben nur den Absorptionswert von Holzschliff selbst ermittelt, für Zellstoff wird von ihnen der von Cross, Bevan und Briggs mit 0,75[3] angegebene Wert übernommen.

Die Nachprüfung im Amte beschränkte sich, soweit sie Zellstoffe betraf, auf Sulfit-Holzzellstoffe, da diese fast ausschließlich zu holzhaltigen Papieren verwendet werden; doch wurde von dem Grundsatz ausgegangen, daß bei der Prüfung eines fremden Papiermusters mit Zellstoffen verschiedenster Herkunft, Kochung und Bleichung sowie auch mit gebleichtem Holzschliff neben ungebleichtem zu rechnen ist und daß nach diesen Gesichtspunkten die zu prüfenden Rohstoffe auszuwählen waren. Ferner wurde auf die Feststellung der Fehlergrenzen, die durch verschiedenes Verhalten einzelner Stoffe bedingt werden, Wert gelegt. Die von den Autoren festgelegten Ausführungsbestimmungen wurden innegehalten mit der Ausnahme, daß an Stelle der getrockneten Proben, die infolge Erhitzung auf 100° Veränderungen ausgesetzt sein können, lufttrockenes Material für die Prüfung benutzt wurde in einer Menge, die 2 g absolut trockenen und aschefreien Stoffes entsprach. Um in jeder Hinsicht gleiche Bedingungen einzuhalten, wurde auch die Einwirkungsdauer der Phloroglucinlösung auf die Proben bei allen Versuchen gleich bemessen, und zwar auf 24 St.

Zunächst wurde geprüft, ob die Titration der Phloroglucin- mit der Aldehydlösung bis auf 0,1 ccm genau erfolgen kann, wie es Cross, Bevan und Briggs für erforderlich erachten, und gefunden, daß diese Genauigkeit bei einiger Übung erreicht werden kann. Zur leichteren Erkennung des Endpunktes der Reaktion erwies sich ein Indikatorpapier als günstig, das nur aus Holzschliff mit etwas Füllstoff hergestellt worden war und an Stelle von Zeitungsdruckpapier benutzt wurde. Sodann wurden je sechs Phloroglucinzahl-Bestimmungen mit der gleichen Zellstoff- bezw. Holzschliffsorte ausgeführt und nachstehende Werte erhalten:

Zellstoff P.		Holzschliff P.	
1,05	Größter Unterschied: 0,14	6,64	Größter Unterschied: 0,32
1,12		6,49	
1,19		6,49	
1,09		6,37	
1,09		6,69	
1,13		6,45	
Mittel: 1,11		Mittel: 6,52	

Da die Phloroglucinzahl durch eine Differenzbestimmung ermittelt wird, kann der Titrationsfehler von 0,1 ccm im ungünstigsten Falle zweimal auftreten. Dies verursacht unter den gegebenen Bedingungen eine Änderung des Absorptionswertes um rund 0,14 bei Zellstoffen und 0,10 bei Holzschliffen. Demnach wird die Titrationsfehlergrenze von den oben aufgeführten Zellstoffwerten nicht, von einzelnen Holzschliffwerten jedoch erheblich überschritten. Als Ursache dieser Abweichungen wird vermutet, daß das Phloroglucin von den einzelnen Proben des gleichen Stoffes in der gleichen Zeit nicht in gleicher Menge aufgenommen wird, da innerhalb 24 St. kein Gleichgewichtszustand eintritt, wie die folgenden Versuche zeigen. Elf durch Raspeln vorbereitete Proben einer Holzschliffsorte wurden einer verschiedenen Einwirkungsdauer der Phloroglucinlösung ausgesetzt und die Absorptionswerte in der üblichen Art bestimmt.

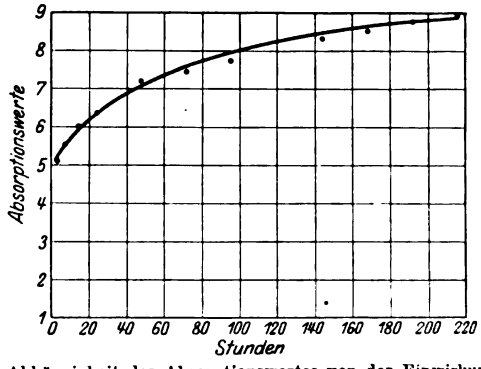


Abb. 1. Abhängigkeit des Absorptionswertes von der Einwirkungsdauer der Phloroglucinlösung auf die Probe.

Die Ergebnisse gehen aus der nachstehenden Zusammenstellung und graphischen Aufzeichnung hervor.

Einwirkungsdauer in Stunden	Absorptionswert
3	5,11
7	5,56
15	6,02
24	6,39
48	7,22
72	7,46
96	7,76
144	8,35
168	8,51
192	8,80
216	8,95

Die Kurve läßt den Verlauf der Absorption verfolgen. Da auch nach neun Tagen noch nicht Gleichgewichtszustand eingetreten ist, sind Schwankungen in der Aufnahme des Phloroglucins von verschiedenen Proben desselben Stoffes trotz gleicher Einwirkungsdauer möglich, die von nicht gänzlich vermeidbaren Unterschieden im Zerkleinerungsgrad des Versuchsmaterials herrühren können, sowie von Temperaturunterschieden im Versuchsraum, wenn die einzelnen

[1] Papierfabrikant 1922, H. 35, S. 1213/16.
[2] Papier-Ztg. 1907, Nr. 101, S. 4480.
[3] Diese Zahl ist später mit 1,0 berichtigt worden; vgl. Papier-Ztg. 1907, S. 4479.

Digitized by Google

Proben an verschiedenen Tagen angesetzt werden. Da anzunehmen ist, daß die Kurve allmählich in eine Horizontale auslaufen wird, würde eine möglichst lange Einwirkungsdauer am vorteilhaftesten sein. Doch sind technischen Prüfungsmethoden in dieser Hinsicht gewisse Grenzen gesetzt, so daß mitunter eine kürzere Versuchsdauer auf Kosten größerer Genauigkeit vorzuziehen ist, zumal sich unvermeidbare Versuchsfehler durch Benutzung der Mittelwerte aus Parallelversuchen teilweise aufheben lassen. Aus diesem Grunde wurde auch für die folgenden Versuche eine Einwirkungsdauer von 24 St. beibehalten. Die Differenz zwischen den nach 24 und 48 St. erhaltenen Phloroglucinzahlen beträgt 0,83, demnach pro Stunde durchschnittlich 0,035; ein kurzes Überschreiten der festgesetzten Einwirkungsdauer ist also belanglos.

Die folgende Versuchsreihe diente zur Ermittelung der Absorptionswerte verschiedener Sulfitzellstoffarten und Holzschliffsorten, um aus ihren Mittelwerten die Grundzahlen für die Formel zur Berechnung des Holzschliffgehaltes festlegen zu können. Die in der nachstehenden Tabelle 1 aufgeführten Werte sind Mittel aus zwei oder mehr Bestimmungen. Alle Proben wurden in geraspeltem Zustand geprüft.

Einschluß des gebleichten Stoffes prozentual bedeutend niedriger sind als bei Zellstoffen.

Vergleicht man nun die Phloroglucinzahlen, die an vier verschiedenen Stellen ermittelt wurden, so fällt besonders auf, daß die Holzschliffwerte zwei Gruppen bilden, die von einander erheblich abweichen. Es fanden:

	für Zellstoff	für Holzschliff
Cross, Bevan und Briggs	$P = 1{,}00$	$P = 8{,}00$
Krull und Mandelkow . .	$P = 1{,}34$	$P = 7{,}84$
Materialprüfungsamt	$P = 1{,}21$	$P = 6{,}48$
Beadle und Stevens . . .	$P = 1{,}00$[1]	$P = 6{,}59$

Noch deutlicher kommen die Unterschiede zum Ausdruck, wenn man die Phloroglucinzahlen mit dem Holzschliffgehalt im Papier graphisch in Verbindung bringt, wie es bereits von Krull und Mandelkow für die von ihnen und die von Cross, Bevan und Briggs gefundenen Werte geschehen ist[2].

Die Abweichungen steigen mit zunehmender Phloroglucinzahl, sie erreichen ihren Höhepunkt bei $P = 6{,}48$. Diesem Wert entsprechen nach den Grundzahlen von:

Cross, Bevan und Briggs . .	78% Holzschliff
Krull und Mandelkow . . .	79% „
Beadle und Stevens	98% „
Materialprüfungsamt	100% „

Tabelle 1. Sulfit-Holzzellstoffe.

Probe Nr.	Herkunft	Eigenschaft	Kochverfahren	Bleichgrad	Aschengehalt (bezogen auf abs. tr. Stoff %	Phloroglucinzahl
1	Deutschland	hart	Mitscherlich	ungebleicht	1,19	1,65
2	Schweden	„	unbekannt	„	0,64	1,14
3	unbekannt	unbekannt	„	„	0,90	1,11
4	Deutschland	weich	Ritter-Kellner	„	0,82	1,08
5	„	„	Mitscherlich	„	0,33	1,04
6	Schweden	„	„	$^1/_2$ gebleicht	0,49	1,06
7	Deutschland	hart	„	$^1/_1$ „	0,34	1,26
8	„	weich	Ritter-Kellner	$^1/_1$ „	0,34	1,16
9	Schweden	„	unbekannt	$^1/_1$ „	0,41	1,09

Mittel **1,21**

Tabelle 2. Holzschliff.

Probe Nr.	Holzart	Schleifart	Bleichgrad	Verwendungszweck	Aschengehalt (bezogen auf abs. tr. Stoff %	Phloroglucinzahl
1	Fichte	Heißschliff	ungebleicht	Kunstdruckpapier	0,67	6,52
2	Kiefer	Kaltschliff	„	Pack- u. Tütenpapier	0,47	6,54
3	Fichte	Heißschliff	„	Druckpapier	0,32	6,56
4	„	unbekannt	„	unbekannt	0,54	6,66
5	„	Kaltschliff	„	„	0,30	6,51
6	„	Heißschliff	„	Zeitungsdruckpapier	0,22	6,40
7	„	unbekannt	„	unbekannt	0,40	6,52
8	„	Kaltschliff	gebleicht	Streichpapier	10,89	6,09

Mittel **6,48**

Aus der Zusammenstellung geht folgendes hervor:

1. Die Phloroglucinzahlen verschiedener Zellstoffe weichen teilweise erheblich voneinander ab; sie sind von der Art der Kochung und vom Bleichgrad abhängig; harte, ungebleichte Stoffe besitzen die höchsten Absorptionswerte.

2. Die geprüften Holzschliffsorten, mit Ausnahme des gebleichten Schliffes, zeigen in ihrem Verhalten zu Phloroglucin nur geringe Unterschiede, die, selbst unter

Die Ursache, daß an den verschiedenen Stellen trotz Einhaltens der gleichen Versuchsbedingungen voneinander abweichende Grundzahlen gefunden wurden, ist nach den Beobachtungen des Amtes nicht nur in der Verschiedenheit des Versuchsmaterials, sondern auch in dem verschiedenen Reinheitsgrad des angewendeten Phloroglucins zu suchen. Es wurde nämlich zu den Vor-

[1] Von Cross, Bevan und Briggs übernommen.

[2] Papierfabrikant 1922, S. 1216.

Digitized by Google

versuchen im Amt ein Phloroglucin der Firma Merck, Darmstadt, mit der Bezeichnung „resorzinfrei" benutzt; die hierbei gefundenen Absorptionswerte betrugen für Zellstoff 1,25, für Holzschliff 7,15. Da von der genannten Firma ein noch reineres Phloroglucin, bezeichnet mit „resorzinfrei pro analysi" angeboten wurde, fand dieses für die Hauptversuche Verwendung mit dem Ergebnis, daß bei Prüfung derselben Stoffe die Phloroglucinzahlen auf 1,21 bzw. 6,48 sanken. Die im Amt gefundenen Grundzahlen haben daher nur bei Verwendung des letztgenannten Phloroglucins Geltung.

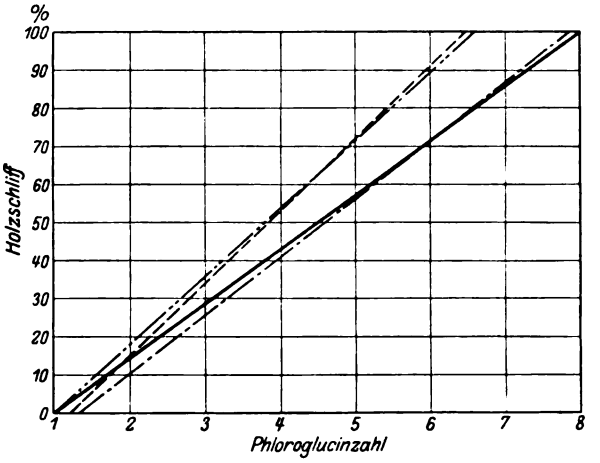


Abb. 2. Beziehung zwischen Phloroglucinzahl und Holzschliffgehalt unter Zugrundelegung der von verschiedenen Autoren angegebenen mittleren Absorptionswerte von Zellstoff und Holzschliff.

——— Cross, Bevan und Briggs,
–·–·– Krull und Mandelkow,
– – – – Materialprüfungsamt,
–··–·· Beadle und Stevens.

Die Methode wurde nun an einigen im Amt angefertigten Papieren von bestimmter Stoffzusammensetzung geprüft. Der zur Herstellung benutzte Zellstoff hatte die Phloroglucinzahl 1,11, der Holzschliff 6,52. Gleichzeitig wurde nachgeprüft, ob die Vorbereitung des Papiers durch Zerstückeln an Stelle von Raspeln genügt.

Die Ergebnisse sind nachstehend aufgeführt:

Tabelle 3. Ergebnisse der Prüfung von Papieren von bekannter Zusammensetzung.

Stoffzusammensetzung		Zerkleinerungszustand	Phloroglucinzahl	Holzschliffgehalt berechnet: nach den Phloroglucinzahlen der im Papier enthaltenen Stoffe	Holzschliffgehalt berechnet: nach den Mittelwerten aus Tab. 1 u. 2
				%	%
ungeleimt	90% Holzzellstoff, 10% Holzschliff	geraspelt	1,62	9,4	7,8
	50% Holzzellstoff, 50% Holzschliff	„	3,84	50,5	49,9
	20% Holzzellstoff, 80% Holzschliff	„	5,46	80,4	80,6
	20% Holzzellstoff, 80% Holzschliff	zerstückelt	5,51	81,3	81,6
	50% Holzzellstoff, 50% Holzschliff	„	3,98	53,0	52,5
geleimt und beschwert Aschengehalt 8,99%					

Die Zahlen beweisen, daß die Methode zu recht genauen Ergebnissen führt, wenn die Phloroglucinzahlen der im Papier enthaltenen Stoffe bekannt sind oder ermittelt werden können, wie es in Betrieben möglich ist, die für bestimmte Papiersorten die gleichen Stoffe verarbeiten; sie ist also für die Betriebskontrolle unter gewissen Voraussetzungen durchaus brauchbar. Die Tatsache, daß sich die Werte nur sehr wenig ändern, wenn die Berechnung des Holzschliffgehaltes nach Mittelwerten erfolgt, ist zunächst nur ein Beweis dafür, daß die Absorptionswerte der im Papier enthaltenen Stoffe den Mittelwerten sehr nahe kommen; weiter unten wird gezeigt werden, daß in anderen Fällen weit erheblichere Abweichungen vorkommen können. Zerstückeln des Papiers an Stelle des Raspelns übt keinen wesentlichen Einfluß auf das Ergebnis aus; immerhin würde für genaue Bestimmungen die Vorbereitung des Papiers durch Raspeln wegen der feineren Verteilung und der dadurch erzielten größeren Oberfläche zu empfehlen sein. Mit etwas größeren Fehlern ist bei Prüfung von geleimten Papieren zu rechnen. Hierbei sind nach Vorschlag von Cross, Bevans und Briggs bei der Einwage der Probe außer dem Aschengehalt 1,5% für Leim in Anrechnung zu bringen. Im vorliegenden Falle scheint dieser Betrag etwas zu hoch gewesen zu sein; infolgedessen wird die Probe auch etwas mehr als 2 g abs. trockenen Faserstoff enthalten haben, was zu einer zu hohen Phloroglucinzahl und somit zu einem zu hohen Holzschliffgehalt geführt hat.

Bei Prüfung fremder Muster kann nun die Berechnung des Holzschliffgehaltes lediglich nach Mittelwerten erfolgen. Die im Amt geprüften Zellstoffe weisen Absorptionswerte von 1,04 bis 1,65 (im Mittel 1,21), die Holzschliffsorten solche von 6,09 bis 6,66 (im Mittel 6,48) auf. Die höchsten Abweichungen des ermittelten Holzschliffgehaltes vom wirklichen werden dann eintreten, wenn die im Papier enthaltenen Stoffe entweder die niedrigsten oder die höchsten Phloroglucinzahlen besitzen. Tabelle 4 und das nachstehende Schaubild zeigen diese Abweichungen.

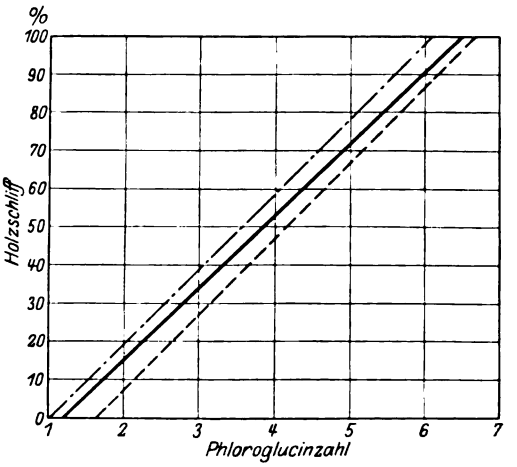


Abb. 3. Beziehung zwischen Phloroglucinzahl von Papier und Holzschliffgehalt unter Zugrundelegung von Mindest-, Höchst- und mittleren, im Materialprüfungsamt gefundenen Absorptionswerten von Zellstoff und Holzschliff.

——— Absorptions-Mittelwerte
–·–·– Absorptions-Mindestwerte
– – – – Absorptions-Höchstwerte
} der geprüften Zellstoffe und Holzschliffsorten.

Erläuterung der Tabelle 4: Werden bei Prüfung von Papieren verschiedener Stoffzusammensetzung die in

Digitized by Google

Tabelle 4.

Reihe 1	Phloroglucinzahl P	1,65	1,74	2,26	2,79	3,32	3,85	4,37	4,90	5,43	5,69
Reihe 2	Holzschliffgehalt in %, errechnet nach Mindestwerten von P_1=1,04; P_2=6,09	12,1	13,9	24,2	34,7	45,1	55,6	65,9	76,4	86,9	92,1
Reihe 3	Holzschliffgehalt in %, errechnet nach Höchstwerten von P_1=1,65; P_2=6,66	0	1,8	12,2	22,8	33,3	43,9	54,3	64,9	75,4	80,6
Reihe 4	Holzschliffgehalt in %, errechnet nach Mittelwerten von P_1=1,21; P_2=6,48	8,3	10,0	19,9	30,0	40,0	50,1	60,0	70,0	80,1	85,0
Reihe 5	Höchstabweichungen des in Reihe 4 ermittelten Holzschliffgehaltes in % von dem in Reihe 2 und 3 gefundenen	8,3	8,2	7,7	7,2	6,7	6,2	5,9	6,4	6,8	7,1

der ersten Reihe der Zusammenstellung aufgeführten Phloroglucinzahlen gefunden, so wird der nach der Formel $H = 100 \frac{(P - P_1)}{P_2 - P_1}$ (vgl. S. 19) errechnete Holzschliffgehalt nur dann mit dem in Wirklichkeit vorhandenen übereinstimmen, wenn für P_1 und P_2 die dem im Papier enthaltenen Zellstoff und Holzschliff zukommenden Werte eingesetzt werden. Betragen diese 1,04 bzw. 6,09, wie sie als niedrigste unter den in Tabelle 1 und 2 aufgeführten Stoffen gefunden wurden, und werden sie bei der Berechnung des Holzschliffgehaltes zugrunde gelegt, so erhält man die in der zweiten Reihe angegebenen Holzschliffwerte in Prozenten. Das gleiche gilt für die Höchstwerte $P_1 = 1{,}65$ und $P_2 = 6{,}66$ in der dritten Reihe der Tabelle. Da man jedoch bei fremden Papiermustern P_1 und P_2 weder kennt noch ermitteln kann, ist man bei Berechnung des Holzschliffgehaltes auf die oben angeführten Mittelwerte angewiesen und erhält die in vierter Reihe befindlichen Zahlen, deren Höchstabweichungen vom wirklich vorhandenen Holzschliffgehalt die fünfte Reihe wiedergibt.

Abgesehen von den früher erörterten Versuchsfehlern, die mit Hilfe von Parallelbestimmungen mehr oder weniger zum Ausgleich zu bringen sind, können bei Anwendung der nachgeprüften Methode zur quantitativen Ermittlung des Holzschliffgehaltes fremder Papiermuster Fehlergebnisse bis rund 8% vorkommen. Diese Fehlergrenze liegt oberhalb derjenigen, die von geübten Beobachtern bei der mikroskopischen Schätzung eingehalten werden kann, wenn es sich um verhältnismäßig geringe oder große Holzschliffmengen handelt. Bedeutend schwieriger wird die mikroskopische Schätzung jedoch, wenn Papiere mit mittlerem Holzschliffgehalt von etwa 40 bis 70% vorliegen. Innerhalb dieser Grenzen wird die Phloroglucin-Absorptionsmethode auch bei Prüfung fremder Muster zu Ergebnissen führen, deren Genauigkeit für praktische Zwecke ausreicht; sie kann in solchen Fällen die mikroskopische Prüfung nicht nur ersetzen, sondern auch als Kontrollbestimmung dienen, wenn die Schätzungsergebnisse von mehreren Beobachtern mehr voneinander abweichen, als an Ungenauigkeit der Phloroglucinmethode zu erwarten ist.

Quantitative Bestimmung von Wolle in Roh- und Wollfilzpappen auf chemischem Wege.

Von **Bruno Schulze.**

Die quantitative Bestimmung von Wolle in Erzeugnissen der Papier- und Pappenindustrie ist auf mikroskopischem Wege nicht leicht auszuführen. Die an sich schon subjektive Bewertung des mikroskopischen Bildes wird in diesem Falle noch dadurch erschwert, daß sich die Wollfasern bei Behandlung mit Chlorzinkjod und anderen Farblösungen nicht einheitlich färben, sondern meist die vorher für Textilzwecke erhaltenen Farbtöne beibehalten. Um mit Hilfe des Mikroskopes zu einem annähernd genauen Resultat zu kommen, ist daher eine sehr große Erfahrung und Übung des Beobachters erforderlich. Es wurde nun versucht, auf chemischem Wege zu einer Fasertrennung und zu einer quantitativen Bestimmung der Wolle zu gelangen. In der Textilprüfung benutzt man hierfür schon lange das verschiedene Verhalten tierischer und pflanzlicher Fasern gegenüber alkalischen und sauren Lösungsmitteln. Von Kapff[1] kocht z. B. in 2proz. Natronlauge und bringt dadurch die Wolle in Lösung. Heermann[2] behandelt zur direkten Bestimmung der Wolle in Gemischen von Wolle und Baumwolle mit kalter 80proz. Schwefelsäure und behält die Wolle ungelöst zurück. Es wurde nun versucht, ob sich die genannten Verfahren auf die Wollgehaltsermittelung von Pappe übertragen lassen. Zunächst wurden die in Betracht kommenden Faserarten (Wolle, Baumwolle, Holzzellstoff und Holzschliff) einzeln in ihrem Verhalten gegenüber 2proz. Natronlauge und 80proz. Schwefelsäure geprüft. Die genannten Rohstoffe wurden im Holländer gemahlen und an der Luft getrocknet. Für die einzelnen Bestimmungen wurden je 10 g, umgerechnet auf absolut trockenen Faserstoff[1], verwandt. Beim Alkaliverfahren wurde das Material in einer Porzellanschale 20 Min. mit 300 ccm einer 2proz. Natronlauge (3° Bé) gekocht. Nach dem Abgießen der Lauge wurde noch 5 Min. mit frischer Lauge gekocht und wieder abgegossen. Der Rückstand wurde mit dest. Wasser gewaschen, dann mit mit Essigsäure angesäuertem Wasser aufgekocht und schließlich bis zu neutraler Reaktion des abfließenden Wassers nachgewaschen. Zur Verwendung

[1] v. Kapff: Textil-Ztg. 1900, S. 462.

[2] Heermann: Die Bestimmung geringer Mengen von Wolle in Baumwollwaren. Mitt. Materialpr.-Amt 1913, S. 176.

[1] Sowohl Einwage als auch der später zu bestimmende Rückstand beziehen sich auf aschenfreien Faserstoff.

Digitized by Google

kam hierbei ein feines 5000 Maschensieb aus Kupfer. Der in einer Porzellanschale vorgetrocknete Rückstand wurde dann in Wägegläschen bei 105 bis 110° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Bei dieser Methode ging Wolle restlos in Lösung, aber auch von der Baumwolle wurden 4,2, von der Jute 16,3, vom Holzzellstoff 4,9 und vom Holzschliff 4,7% Gewichtsanteile gelöst. Die erhaltenen Werte sind Mittel aus je 2 Bestimmungen. — Beim Schwefelsäureverfahren nach Heermann wird 80proz. H_2SO_4 (60,9° Bé) verwandt. Um einen gleichmäßigen Angriff des Lösungsmittels zu erreichen, wurden auch schon die einzelnen Rohstoffe in 500 ccm Glaskolben mit Wasser aufgekocht und durch Schütteln in einen Faserbrei verwandelt. Nach dem Abscheiden des Wassers auf einem 5000 Maschen-Kupfersieb wurde der Stoff zur Erhöhung der Benetzbarkeit, wie schon Heermann vorschlägt, mit 96proz. Alkohol, und zwar kalt durchgeschüttelt, der Alkohol gelinde abgedrückt und das noch feuchte Material unter Benutzung von Literflaschen mit eingeschliffenem Glasstopfen in 300 ccm einer 80proz. H_2SO_4 eingetragen. Nachdem der eingetragene Stoff während der ersten Stunde mit Ruhepausen kräftig geschüttelt worden war, brauchte das Schütteln in den darauffolgenden Stunden nur etwa alle 15 bis 20 Min. einmal zu erfolgen. Nach insgesamt 3 St. wurde das Lösungsgemisch in einer großen Porzellanschale mit 1 l Wasser verdünnt und durch ein Kupfersieb filtriert (5000 Maschensieb). Die auf dem Sieb gesammelte Wolle wurde mit schwach alkalischem und reinem dest. Wasser so lange gewaschen, bis der Stoff neutral reagierte. Nach der Vortrocknung auf dem Sieb wurde die Wolle bis zur Konstanz getrocknet und gewogen. Bei dieser Behandlung wurde eine Gewichtszunahme der Wolle von 0,04% erhalten, Baumwolle wurde bis auf unwägbare Spuren gelöst, Jute enthielt 0,8% unlösliche Bestandteile, Holzzellstoff 0,1% und Holzschliff 12,1%. Diese Zahlen sind günstiger als die beim Natronverfahren (S. 23) erhaltenen. Die bei der Wolle festgestellte geringe Gewichtszunahme einerseits und die geringen unlöslichen Rückstände der einzelnen Rohstoffe anderseits können mit Ausnahme des Holzschliffrückstandes vernachlässigt werden. Da für die obengenannten Pappen ein direkter Holzschliffzusatz verboten ist, kann nur mit dem Vorhandensein geringer Holzschliffmengen gerechnet werden. Wie aus den nachstehenden Versuchen mit Pappe hervorgeht, scheint sich auch die Löslichkeit des Holzschliffes zu erhöhen, wenn er in feiner Verteilung mit anderen Fasern gemischt ist.

Nach dem Natronlauge- und Schwefelsäureverfahren wurden weiterhin vergleichende Bestimmungen an Pappen ausgeführt, die im Amt nach bestimmtem Mischungsverhältnis hergestellt wurden, so daß ihre Stoffzusammensetzung genau bekannt war. Die Ergebnisse gibt die nachstehende Tabelle wieder:

Lfd. Nr.	Pappen-Stoffeintrag	Wollgehalt in % * ermittelt nach dem		Abweichung des ermittelten Wollgehaltes vom Sollwert in %	
		Natron-verfahren	Schwefelsäure-verfahren	Natron-verfahren	Schwefelsäure-verfahren
1	5% Wolle 65% Baumwolle 30% Jute	12,2	4,8	+7,2	—0,2
2	15% Wolle 55% Baumwolle 30% Jute	20,2	14,5	+5,2	—0,5
3	35% Wolle 35% Baumwolle 30% Jute	41,2	35,1	+6,2	+0,1
4	15% Wolle 30% Jute 25% Baumwolle 15% Holzzellstoff 15% Holzschliff	23,9	15,0	+8,9	±0

* Die angegebenen Werte sind Mittel aus je 2 Bestimmungen.

Wie die Tabelle zeigt, wurden bei den untersuchten Pappen beim Schwefelsäureverfahren Abweichungen des ermittelten Wollgehaltes vom Sollwert bis 0,5%, beim Natronlaugeverfahren hingegen bis 8,9% gefunden. Daraus geht hervor, daß das Schwefelsäureverfahren dem Natronverfahren an Genauigkeit erheblich überlegen ist.

In Roh- und Wollfilzpappen ist Seide und Kunstseide eine Seltenheit, immerhin ist damit zu rechnen, daß in dem Textilabfall, der zur Herstellung von Pappen verwandt wird, die genannten Fasern auch auftreten können, es wurde deshalb an verschiedenen Proben die Löslichkeit in 80proz. H_2SO_4 bestimmt. Sowohl gewöhnliche Naturseide, als auch Kunstseide (Viskose-, Nitro-, Kupfer- und Azetatseide) lösen sich bei der angewandten Schwefelsäurebehandlung vollkommen. Nur Tussahseide hinterläßt einen Rückstand von etwa 10%. Da diese Seide in der Textilindustrie nur selten verwandt wird, ist mit ihrem Auftreten in Pappen kaum zu rechnen. Aus dem Gesagten geht hervor, daß auch bei Gegenwart von Seide die Genauigkeit der Wollgehaltsbestimmung mittels des Schwefelsäureverfahrens nicht beeinträchtigt wird. Bei der Ausführung der Versuche wurde ich von Herrn stud. ing. H. Lange unterstützt.

Über den Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf die Eigenschaften der Faserstoffe und über Messung der Luftfeuchtigkeit.

Von G. Herzog.

Sind Materialien hygroskopisch, d. h. ändert sich ihr Feuchtigkeitsgehalt gemäß dem der umgebenden Luft, so tritt bei manchen von ihnen auch eine Änderung wichtiger Materialeigenschaften ein. Für die wirtschaftliche Lagerung, vor allem auch für die Verarbeitung hygroskopischer Materialien ist demnach Kenntnis der jeweils herrschenden Luftfeuchtigkeit nötig, um diese in den Lager- und Betriebsräumen entsprechend regeln zu können.

Die Luftfeuchtigkeit wiederum ist von der Witterung abhängig, sie schwankt daher; in den Arbeitsräumen

Digitized by Google

soll dagegen eine möglichst gleichbleibende Feuchtigkeit herrschen. Deshalb ist es nötig, Einrichtungen zu treffen, die eine Regelung der Raumfeuchtigkeit ermöglichen. Bei diesen Einrichtungen, deren es eine große Zahl verschiedener Systeme gibt, handelt es sich fast stets um Erhöhung der Raumfeuchtigkeit, also um Zuführung von Feuchtigkeit, da die herrschende Luftfeuchtigkeit fast immer niedriger ist, als die für die Arbeitsverfahren erwünschte. Die einfachsten und gebräuchlichsten Apparate wirken so, daß kaltes Wasser durch geeignete Düsen, evtl. unter Druck, in feinster, nebelartiger Verteilung in den Raum geblasen wird. Andere Systeme verbinden mit der Befeuchtung gleichzeitig die hygienisch wichtige Erneuerung der Raumluft, indem die verbrauchte Luft abgeführt und befeuchtete Frischluft eingeführt wird.

Von besonderem Einfluß ist bekanntlich die Luftfeuchtigkeit auf die Eigenschaften der Faserstoffe, die sämtlich stark hygroskopisch sind. Man hat erkannt, daß ihre Verarbeitung am leichtesten und rationellsten bei ziemlich hoher Luftfeuchtigkeit vonstatten geht. Die Feuchtigkeit, die sich z. B. für die Verspinnung der Faserstoffe als zweckmäßig erwiesen hat, liegt bei den pflanzlichen Faserstoffen zwischen 65 und 80%, bei den tierischen zwischen 75 und 85%. Eine etwas niedrigere Feuchtigkeit bei der Verarbeitung verlangt nur Kunstseide, die dazu neigt, bei den genannten Sätzen bei Zugbeanspruchungen unter Umständen schon plastische Formänderungen zu erleiden, die sich in der fertigen Ware als optische Erscheinungen (Glanz u. a.) unangenehm bemerkbar machen können.

Als Beispiel für den erheblichen Einfluß der Luftfeuchtigkeit auf das Gewicht, d. h. die Garnnummer, mag angeführt werden, daß ein Baumwollgarn, welches bei mittlerer Luftfeuchtigkeit gerade Nr. 40 aufweist, an trockenen Tagen rd. Nr. 41, an feuchten Tagen dagegen rd. Nr. 39 zeigt. Das sind allein 5% Differenz in der Nummer infolge Änderung der Luftfeuchtigkeit. Nach dem Deutschen Baumwollgarnkontrakt darf die zulässige Nummerabweichung, in der die gesamten Fabrikationsschwankungen enthalten sind, bei Garn der angegebenen Nummer nicht mehr als 6% nach oben und unten betragen. Diese Toleranz würde im vorliegenden Beispiel u. a. also schon fast ganz durch Unterschiede im Feuchtigkeitsgehalt in Anspruch genommen werden.

Grundlegend für unsere Kenntnis der Hygroskopizität der Faserstoffe sind vor allem die wertvollen Untersuchungen von E. Müller[1]. Dieser hat auf Grund sehr eingehender Untersuchungen des Verhaltens der wichtigsten Faserstoffe eine Formel aufgestellt, die den Feuchtigkeitsgehalt der Faserstoffe für jede beliebige Luftfeuchtigkeit zu berechnen gestattet. Die auf Grund dieser Formel berechneten Zahlen für den Feuchtigkeitsgehalt zeigen gegenüber den durch Trocknung ermittelten Werten nur die praktisch unerheblichen Abweichungen von maximal 0,1 bis 0,2% absolut.

Etwas später hat Pfuhl[2] die entsprechenden Verhältnisse auch für Jute näher untersucht. In neuerer Zeit hat Hönig[1] durch außerordentlich eingehende und sorgfältige Untersuchungen mit einer verbesserten Einrichtung die von Müller angegebenen Beziehungen eingehend nachgeprüft und bestätigt gefunden, ebenso Obermiller[2]. Danach kann mit für die Technik ausreichender Genauigkeit angenommen werden, daß bei allen Faserstoffen innerhalb der Grenzen von 40 bis 70% zwischen Luftfeuchtigkeit und Feuchtigkeitsgehalt der Faser eine geradlinige Beziehung besteht. Die Neigung dieser Geraden ist allerdings bei den verschiedenen Faserstoffen eine verschiedene. Nach den Müllerschen Untersuchungen rangieren die Faserstoffe hinsichtlich der Schnelligkeit ihres Anpassungsvermögens an die jeweilige Luftfeuchtigkeit in absteigender Reihe wie folgt:

Naturseide,
Flachs,
Baumwolle,
Kammzug,
gewaschene Wolle,
ungewaschene Wolle.

Viscose-Kunstseide, die im Amt nach dieser Richtung hin geprüft wurde, zeigte ebenfalls eine sehr schnelle Anpassung an die jeweilige Luftfeuchtigkeit.

Auch die Festigkeit der Fasergebilde ist, wie bereits angedeutet wurde, stark von ihrem Feuchtigkeitsgehalt, d. h. also von der Luftfeuchtigkeit abhängig. Über diese für die Praxis wichtigen Zusammenhänge sind verschiedentlich Untersuchungen angestellt worden. Unter anderem berichtet Turner[3] über Versuche mit Geweben, die teils dem Wetter ausgesetzt waren, teils in ursprünglichem Zustande sich befanden und nach längerem Ausliegen bei verschieden hoher Luftfeuchtigkeit auf ihre Festigkeitseigenschaften hin untersucht worden sind. Dabei ergab sich, daß die bewetterten pflanzlichen Gewebe in sehr viel geringerem Maße auf wechselnde Luftfeuchtigkeit reagierten als die unbewetterten. Auf die Einzelheiten der interessanten Untersuchungen, besonders bei den längere Zeit ausgesetzten Proben, deren Verhalten aus der Einwirkung des Lichtes (Ultrastrahlen) sowie des Wechsels zwischen Befeuchtung (Tau oder Regen) und Trocknen auf die Faserstoffe und die in ihnen enthaltenen Wachs- und Pektinkörper zu erklären ist, kann hier nicht näher eingegangen werden. Über die Einwirkung von Licht und Wetter auf die Faserstoffe sind inzwischen auch im Amt eingehende Untersuchungen angestellt worden[4].

Für die am meisten interessierende Frage der Berechnung von Festigkeit und Dehnung eines Faserstofferzeugnisses für eine andere Luftfeuchtigkeit als diejenige, bei der geprüft wurde, fehlen uns zur Zeit noch genügend sichere Grundlagen. Aus den bisher in der

[1] Über den Wassergehalt der Faserstoffe usw. Civilingenieur 1880.
[2] Die physikalischen Eigenschaften der Jute. Berlin 1888.

[1] Textile Forschung 1918, Nr. 3/5.
[2] Z. angew. Chem. 1926, Nr. 2.
[3] Society of Dyers and Colourists 1920, Nr. 6.
[4] Vgl. den in diesem Heft abgedruckten Bericht von H. Sommer, ferner die Veröffentlichungen von Heermann und Sommer: Über die Einwirkung ultravioletter Strahlen und Farbstoffe und Faserstoffe. Leipz. Monatschr. Textilind. 1924.

Digitized by Google

Literatur[1] bekannt gewordenen Zahlen und den im Amt gewonnenen Werten ergeben sich für den am häufigsten in Betracht kommenden Bereich zwischen 40 und 75% Luftfeuchtigkeit in grober Annäherung die in Abb. 1 graphisch dargestellten Beziehungen für die Abhängigkeit der Festigkeit von der Luftfeuchtigkeit. Zur Umrechnung können die in der folgenden Tabelle angegebenen Faktoren benutzt werden, die in eine für die Praxis unmittelbar brauchbare Form gebracht sind.

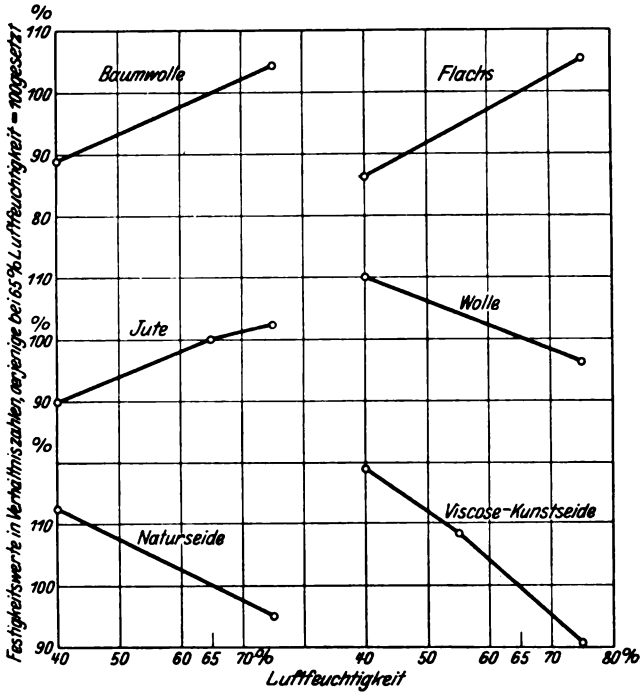


Abb. 1. Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Luftfeuchtigkeit.

Mit ihrer Hilfe ist es möglich, wenigstens die annähernde Größe der für die normale Luftfeuchtigkeit von 65% zu erwartenden Festigkeitsänderung zu bestimmen.

Umrechnungsfaktoren,

mit denen die bei der in Spalte 1 angegebenen Luftfeuchtigkeit erhaltenen Festigkeitswerte zu vervielfachen sind, um die Festigkeit bei 65% Luftfeuchtigkeit zu erhalten.

Luftfeuchtigkeit, bei der geprüft wurde %	Baumwolle	Flachs	Jute	Wolle	Naturseide	Viscose Kunstseide
40	1,123	1,157	1,112	0,909	0,890	0,831
45	1,098	1,122	1,087	0,927	0,910	0,865
50	1,071	1,088	1,063	0,943	0,930	0,890
55	1,047	1,058	1,042	0,962	0,953	0,916
60	1,022	1,030	1,020	0,981	0,975	0,969
65	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
70	0,978	0,974	0,988	1,020	1,025	1,048
75	0,957	0,948	0,976	1,040	1,052	1,101

Diese Zahlen geben allerdings, wie nochmals betont werden mag, nur einen ungefähren Anhalt für die Größe der zu erwartenden Änderung, da letztere in gewissem Maße auch von der Feinheit der Gespinste, ihrem Drehungsgrad, der Dicke eines Gewebes usw. abhängt. Mercerisierte Baumwolle wird z. B. weniger stark beeinflußt als nicht mercerisierte, rohe weniger als gebleichte. Für Viscose-Seide ist im Amt kürzlich u. a. die Beeinflussung der Festigkeitseigenschaften durch die Luftfeuchtigkeit in dem Bereiche zwischen 5 und 85% eingehend untersucht worden. Es hat sich ergeben, daß bei dieser Probe der Verlauf der Kurve zwischen 35 und 55% praktisch als geradlinig angesehen werden kann; von 55% an beginnt mit weiterer Zunahme der Luftfeuchtigkeit (φ) sich eine Krümmung der Linie bemerkbar zu machen (vgl. Abb. 2). Die als Reißlänge ausgedrückte Zugfestigkeit betrug bei $\varphi = 35\%$ rd. 12,0 km, bei $\varphi = 55\%$ 10,7 km, bei $\varphi = 75\%$ 8,8 km[1].

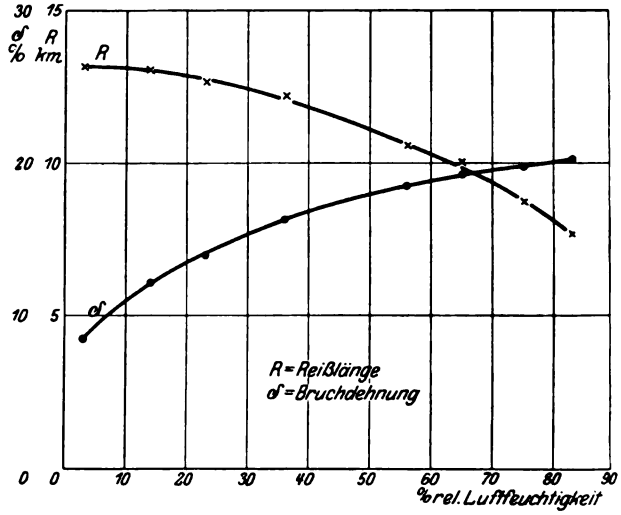


Abb. 2. Festigkeit und Dehnung einer Viscoseseide bei verschiedener Luftfeuchtigkeit.

Für die rationelle Handhabung der Luftfeuchtigkeit ist die ständige Kontrolle der vorhandenen Raumfeuchtigkeit durch Messung unerläßlich, denn Zuführung überschüssiger Luftfeuchtigkeit bedeutet nicht nur unnötigen Kostenaufwand, sondern macht auch den Aufenthalt in den Räumen, besonders im Sommer, schwer erträglich und drückt deshalb die Arbeitsleistung herab.

Die Messung der Luftfeuchtigkeit kann nach verschiedenen Methoden erfolgen. In der Meteorologie mißt man den Druck des in der Luft enthaltenen Wasserdampfes in Millimetern Quecksilbersäule und bezeichnet die jeweilige Spannung des in der Luft in Dampfform enthaltenen Wassers als die herrschende absolute Feuchtigkeit. Die Technik dagegen rechnet mit der einfacheren Angabe der in 1 cbm Luft enthaltenen Wassermenge. Die bei beiden Methoden sich ergebenden Werte sind einander ziemlich gleich. Den jeweiligen Sättigungsgrad der Luft mit Feuchtigkeit bezeichnet man als relative Luftfeuchtigkeit und gibt ihn in Prozenten der völligen Sättigung (diese = 100%) bei der betr. Temperatur an. Die Feuchtigkeitsmesser ermöglichen uns, die relative Luftfeuchtigkeit zu bestimmen; ihre Angaben bilden die notwendige Grundlage für die künstliche Regelung der Luftfeuchtigkeit.

Anfangs bediente man sich zur Messung oder, wie man für damalige Zeiten besser sagen müßte, zur Anzeige

[1] Vgl. die Arbeiten von Willkomm, Barwick (mitgeteilt von Marschik), Turner, Tiltmann und Porrit, Morill, Schmidt-Karger u. a.

[1] King und Johnson (Dyers a. Col. 11, 1928) fanden für Viscose etwas größere Abweichungen in dem von ihnen geprüften Bereich von 58% aufwärts.

Digitized by Google

der Luftfeuchtigkeit, unzureichender Mittel; erst nach besserer Erkenntnis der Zusammenhänge hat man Instrumente erfunden, die eine genauere Feststellung der Luftfeuchtigkeit ermöglichen. Man kann hierbei zwei Hauptgruppen unterscheiden. Bei der einen benutzt man die zuerst von Gay-Lussac beobachtete Eigenschaft gewisser hornartiger Körper, ihre Länge gemäß der Änderung der herrschenden Luftfeuchtigkeit ebenfalls ständig zu verändern. Als solches Material eignet sich für den gesamten Zweck am besten entfettetes Frauenhaar. Die Instrumente der anderen Gruppe beruhen auf der sog. psychrometrischen Differenz der Anzeige zweier nebeneinander befindlicher Thermometer, von denen die Quecksilberkugel des einen mit einem während des Versuches feucht zu haltenden Mulläppchen umwickelt ist. Da die Verdunstung der Feuchtigkeit des Läppchens Wärme verbraucht, die der unmittelbaren Umgebung der Thermometerkugel entzogen wird, zeigt das feuchtgehaltene Thermometer eine niedrigere Temperatur an, als das trockene, das die Raumwärme angibt. Die Verdunstungsgeschwindigkeit (also auch die Anzeige des feuchten Thermometers) ist aber abhängig von dem Feuchtigkeitsgehalt der Raumluft, deshalb bildet die Differenz in der Anzeige der beiden Thermometer eine sehr genaue Grundlage für die Berechnung der jeweiligen Luftfeuchtigkeit. Diese Berechnungen sind für alle in Betracht kommenden Thermometerunterschiede in dem Tabellenwerk von Jelinek enthalten, aus dem man nach der Anzeige der beiden Thermometer die jeweilige Luftfeuchtigkeit unmittelbar ablesen kann. Das Verfahren selbst ist zuerst von August angegeben und wissenschaftlich begründet worden. Allerdings hat dieser noch nicht Rücksicht darauf genommen, daß die Verdunstungsgeschwindigkeit in erheblichem Maße auch von der Luftbewegung abhängig ist, was später von anderen Forschern durch Versuche nachgewiesen worden ist. Für genaue Messungen ist daher an dem feuchten Thermometer eine Einrichtung zur Erzielung einer gewissen Luftbewegung anzuordnen, wie dies bei dem nach Assmann genannten Aspirationspsychrometer der Fall ist, das als das zweifellos vollkommenste Instrument dieser Art bezeichnet werden kann. Assmann benutzt einen durch ein Uhrwerk getriebenen kleinen Ventilator, der unter Benutzung geeigneter hochpolierter Messingröhren für die Führung der Luft diese mit bestimmter, während der Beobachtungszeit gleichbleibender Geschwindigkeit an der feuchten Quecksilberkugel vorbeisaugt. Bei Benutzung dieser Präzisionsinstrumente, für die empfindliche, geeichte Thermometer erforderlich sind, ist zu beachten, daß letztere während des Versuches nicht irgendwelchen Wärmestrahlungen ausgesetzt sind; sie reagieren z. B. bereits merklich auf die Wärmestrahlung des menschlichen Körpers, weshalb man die Ablesung zweckmäßig durch ein Leseglas unter Fernhaltung der Hand von der Thermometerkugel und möglichst schnell vornehmen muß. Genaue Vorschriften für die Benutzung dieses Instrumentes sind z. B. von dem Preuß. Meteorologischen Institut angegeben worden[1]. Bei Instrumenten, die ohne künstliche Luftbewegung arbeiten, differiert die Anzeige etwas von der des Aspirationspsychrometers, denn die Wärmeentziehung am feuchten Thermometer hängt, wie schon erwähnt, in merklichem Maße von der Luftbewegung ab; nach den Versuchen von Recknagel und Edelmann ändert sich die Psychrometerkonstante am stärksten bei den kleinen Geschwindigkeiten bis zu 0,5 m/Sek. Nach den Untersuchungen von Schubert[1] ist die Verdunstungsgeschwindigkeit bei bewegter Luft etwa fünfmal so groß als bei ruhiger.

Da die Psychrometerinstrumente nicht unmittelbar die Luftfeuchtigkeit abzulesen gestatten, haben sich in der Praxis mehr die Haarhygrometer, die diesen Nachteil nicht besitzen, eingebürgert. Die ersten Instrumente dieser Art stammen von Saussure, sie sind später von Koppe verbessert worden. Bei dieser Konstruktion ist ein einzelnes entfettetes Menschenhaar von etwa 20 cm Länge in einem Rahmen senkrecht so angeordnet, daß das obere Ende fest, das untere, mit einem kleinen Gewicht beschwerte, um eine wagerecht gelagerte, leicht drehbare Welle gelegt ist, auf der weiterhin ein Zeiger befestigt ist. Gemäß der jeweiligen Luftfeuchtigkeit längt oder verkürzt sich das Haar und dreht dabei die Welle und den Zeiger. Da die Längenänderungen des Haares bei verschiedener Luftfeuchtigkeit jedoch nicht die gleichen sind, ist die Auffindung einer Teilung, die bei hoher und niedriger Feuchtigkeit einen möglichst geringen Fehler aufweist, schwierig. Pircher[2] hat bei seinen sehr eingehenden Untersuchungen über Haarhygrometer auch diese Frage untersucht und eine Lösung angegeben. In neuester Zeit hat dann Bongards[3] in seinem sehr gründlichen, das ganze Gebiet der Feuchtigkeitsmessung behandelnden Buch dieselbe Frage für die Lambrechtschen Instrumente noch weiter untersucht und eine verbesserte Skalenteilung angegeben. Bei den sehr bewährten Instrumenten Lambrechtscher Konstruktion, neuerdings auch mit frei liegendem Haarbündel, ist die im Laufe der Zeit zu Ungenauigkeit Veranlassung gebende Biegung des Haares um die Welle (wie sie bei den Koppeschen Instrumenten möglich) dadurch vermieden, daß ein Hebelchen als Belastung dient. Gleichzeitig ist in ebenso einfacher wie sinnreicher Weise eine Veränderungsmöglichkeit im Übersetzungsverhältnis von Haar- zu Zeigerbewegung angeordnet, wodurch es möglich ist, bei jedem Instrument die Längenänderungen des betreffenden Haarbündels mit der Skala genau in Einklang zu bringen. Über die Genauigkeit der Anzeige von Haarhygrometern liegen Angaben verschiedener Forscher vor, z. B. Martens[4], Pircher und neuerdings von Griffiths[5]. Letzterer hat die Angaben Pirchers, wonach bei sachgemäßer Behandlung der Instrumente mit einer Abweichung von höchstens 4% gegenüber dem wahren Feuchtigkeitsgehalt zu rechnen ist, bei seinen sich über mehrere Monate erstreckenden, den Bereich von 35 bis 95% umfassenden und mit 2 Instrumenten

[1] Siehe z. B. Bongards: Feuchtigkeitsmessung, S. 162 u. 190. München 1926.

[1] Naturwissensch. 1925, Nr. 23.

[2] Denkschr. d. Akad. d. Wiss., Wien, math.-naturw. Kl. 1901, S. 267.

[3] Siehe a. a. O.

[4] Centralztg. Opt. u. Mech. Bd. 3, S. 181.

[5] Referat in Naturwissensch. 1927, Nr. 23.

Digitized by Google

verschiedener Konstruktion ausgeführten Untersuchungen bestätigt gefunden.

Die Eichung und Kontrolle der Hygrometer, die bei dauerndem Gebrauch wenigstens alle vier Wochen, bei längerer Zeit nicht benutzten Instrumenten vor jeder Ingebrauchnahme erfolgen soll, geschieht am besten durch Vergleich mit einem Präzisionspsychrometer. Das gewöhnlich empfohlene Verfahren, für das die Haarhygrometer meist eingerichtet sind, sie durch Einschieben von Glasscheiben gegen die Außenluft abzuschließen, in dem so geschaffenen Raum durch Einführung eines nassen Mullrähmchens die Luft völlig zu sättigen, und das Instrument dann auf 100% einzustellen, ist, wie später ausgeführt werden wird, nicht ganz einwandfrei. Dasselbe gilt für das bei dem Lambrechtschen Hygrometer geübte Verfahren, das Haarbündel mittels eines einen feinen Nebel erzeugenden Zerstäubers zu befeuchten und darnach auf 95% einzustellen. Allerdings liegen die Verhältnisse bei dem letzteren Instrument etwas günstiger, weil infolge der besseren Justierungsmöglichkeit der Zeigerausschlag geregelt werden kann.

Alle Verfahren, welche die Einstellung bzw. Kontrolle der Instrumente bei der Sättigungsgrenze der Luft vornehmen, sind deswegen nicht einwandfrei, weil die Anzeige vielleicht bei diesem Punkte stimmen mag; hinsichtlich der Richtigkeit der Anzeige bei niedrigeren Sättigungsgraden, die hauptsächlich in Betracht kommen, ist man dabei jedoch auf die Richtigkeit der Skala angewiesen, denn diese Stufen können auf die genannte Weise nicht kontrolliert werden. Zweifel an deren Richtigkeit sind besonders dann angebracht, wenn das Instrument lange Zeit in Benutzung war. Wenn irgend möglich, soll man daher die Kontrolle und Einstellung der Haarhygrometer nach einem Psychrometer vornehmen; man kann dann die Eichung in jedem beliebigen Bereich ausführen, vor allem in dem Bereich, der hauptsächlich gebraucht wird, und kann dann sicher sein, daß die Anzeige stimmt.

Da die Psychrometer aber teuer sind (etwa 200 RM.), kann man die Eichung für einen beliebigen Bereich auch in vereinfachter Form so vornehmen, daß man die Hygrometer einige Stunden in eine luftdicht geschlossene Glasglocke stellt, in der ein ausreichend großes Gefäß mit einer Lösung steht, deren Dampfspannung bekannt ist; hierzu eignen sich z. B. Schwefelsäurelösungen, deren Tensionen genau festgestellt sind (s. z. B. Landolt-Boernstein, Obermiller[1], Mann[2]) oder auch Lösungen bestimmter Salze. Obermiller[3] hat eine hierfür geeignete Vorrichtung angegeben, die von Fues in Steglitz gebaut wird, jedoch ist diese fast ebenso teuer wie ein Psychrometer. Weltzien[4] hat deshalb einen anderen sehr praktischen Weg vorgeschlagen, wie man sich mit viel geringeren Kosten ein relativ genaues Psychrometer schaffen kann. Er nimmt zwei in ein $^1/_5{}^\circ$ geteilte, geeichte Thermometer, befeuchtet das eine in üblicher Weise durch eine Mullumhüllung und läßt auf dieses den kalten Luftstrom der bekannten Fön-Dusche einwirken. Diese ganze Einrichtung kostet nur 50 RM. Die Anzeigen derselben weichen nach seinen für verschiedene Luftfeuchtigkeiten ausgeführten Untersuchungen nur um rd. 2% von denen eines Assmannschen Aspirationspsychrometers ab.

Verfasser hat das Verfahren nachgeprüft und die Angaben bestätigt gefunden. Es zeigte sich aber eigentümlicherweise, daß die Entfernung des Fönapparates vom feuchten Thermometer eine gewisse Rolle spielt, denn bei 20 cm Abstand ergab sich gegenüber der Anzeige des Assmann-Psychrometers eine Differenz von rd. 2%, bei 30 cm Abstand dagegen nur eine solche von 1%. Ein Umstand kann gelegentlich zu Ungenauigkeiten führen, das ist die nach 8 bis 10 Min. eintretende Erwärmung des kleinen Fönmotors, die sich der ausgestoßenen Luft mitteilt. Diese Erwärmung beträgt 1 bis 2° über Raumtemperatur und bewirkt somit eine falsche Anzeige des feuchten Thermometers. Man muß bei Benutzung der im übrigen recht praktischen Einrichtung also darauf achten, daß die Beobachtung beendet ist, ehe Erwärmung des Föns eintritt. Zweckmäßiger wäre es deshalb, wenn man den Fön seitlich des feuchten Thermometers so anordnen würde, daß die angesaugte, stets Raumtemperatur aufweisende Luft an dem feuchten Thermometer vorbeigeführt würde.

Die bisher besprochenen Hygrometer geben naturgemäß die jeweilige Luftfeuchtigkeit an, sie ändern ihren Stand also fortwährend entsprechend den Schwankungen der Luftfeuchtigkeit des betreffenden Raumes. Um diese Veränderungen über einen längeren Zeitraum beobachten zu können, wäre also eine fortwährende Beobachtung der Instrumente erforderlich. Das ist natürlich sehr lästig, überdies bei Versuchen, die über Nacht dauern, praktisch unmöglich. Man hat daher selbstregistrierende Hygrometer gebaut, die mittels Schreibvorrichtung auf einer durch eine Uhr in Umdrehung versetzten Trommel dauernd die Luftfeuchtigkeit in Gestalt einer Kurve aufzeichnen. Man erhält auf diese Weise einen ständigen Überblick über die Luftfeuchtigkeit während der in Frage kommenden Zeit. Derartige Instrumente sind wichtig als Kontrollapparate in allen den Betrieben, bei denen die Luftfeuchtigkeit eine Rolle spielt, d. h. wo dieselbe im Interesse rationeller Betriebsführung dauernd in bestimmten Grenzen gehalten werden muß. Unentbehrlich sind sie natürlich für alle Prüflaboratorien, weil dort häufig bei Versuchen, die sich über längere Zeit erstrecken, eine genaue Kenntnis der während dieser Zeit herrschenden Luftfeuchtigkeit oder eine Kontrolle hinsichtlich Einhaltung bestimmter Feuchtigkeitsverhältnisse notwendig ist. Bei dem Hygrographen der Firma Lambrecht, die auf die Durchbildung und Verbesserung der selbstregistrierenden Instrumente großen Wert gelegt hat, sind mehrere aufeinander abgestimmte Haarbündel rahmenartig parallel zueinander angeordnet. Ihre Längenänderungen unter der Einwirkung der Luftfeuchtigkeit werden auf diese Weise nicht nur vergleichmäßigt, sondern auch so verstärkt, daß selbst bei sehr kleinen Änderungen die Schreibvorrichtung mit Sicherheit betätigt wird. Auch andere Firmen, z. B. Fuess in

[1] Z. angew. Chem. 1925, S. 765; Mell. Textilberichte 1926, S. 71.

[2] Referat Spinner u. Weber 1928, Nr. 5, über Untersuchg. des engl. Forschungsinst. f. Baumwolle.

[3] Seide 1927, Nr. 5.

[4] Ebenda.

Digitized by Google

Steglitz und die jetzt zum Zeiss-Konzern gehörenden Goerzwerke bauen gediegene Hygrographen.

Um einen Einblick zu gewinnen, mit welcher Schnelligkeit die Hygrometer einer Änderung der Luftfeuchtigkeit folgen, hat Verfasser entsprechende Versuche mit einem Polymeter und zwei selbstregistrierenden Instrumenten angestellt. Die Instrumente wurden gleichzeitig zunächst mehrere Stunden in einem Raum mit 65% Feuchtigkeit belassen, dann justiert und genau eingestellt. Hierauf wurden sie in einen Isolierraum gebracht, der eine Feuchtigkeit von 97 bis 98% aufwies. Die zeitliche Anpassung der Instrumentenanzeige ist dargestellt durch die steigende Kurvenschar im oberen Teil der Abb. 3. Man erkennt, daß die beiden Registrierinstrumente etwas langsamer folgen als das Polymeter; sie zeigen auch nach einstündigem Verweilen etwas größere Abweichungen als dieses.

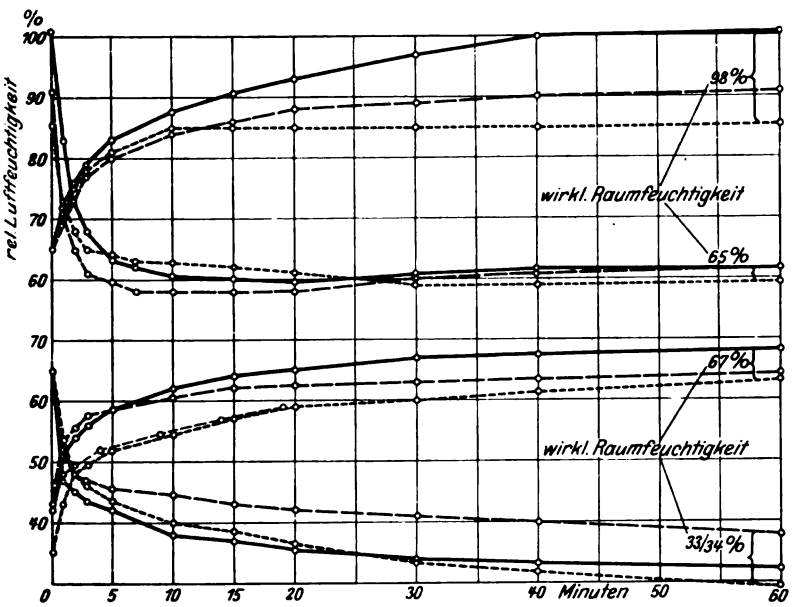


Abb. 3. Schnelligkeit der Anpassung der Anzeige von Hygrometern bei Änderung der Luftfeuchtigkeit.
——— Polymeter, — — — Lambrechts Hygrograph, – – – – Registrierinstrument N. N.

Nach Rückbringen der Instrumente in den normalfeuchten Raum ergaben sich die absteigenden Kurven der oberen Abb. 3. Man sieht, daß die Instrumente bereits nach sehr kurzer Zeit, etwa 3 bis 5 Min., die Raumfeuchtigkeit angenommen haben und daß die Haare, wie für den Fall der Überfeuchtung bekannt, sich zunächst noch weiter verkürzen, um sich nach geraumer Zeit wieder etwas zu längen. Eine dritte und vierte Reihe (Abb. 3, untere Kurven) zeigt die Ergebnisse der Anpassung, ausgehend von normaler Feuchtigkeit an niedrige und von dieser wieder aufsteigend zu normaler Feuchtigkeit. Als Gesamtergebnis findet man, daß das Polymeter fast stets etwas rascher der Änderung der Luftfeuchtigkeit folgt und auch geringere Abweichungen zeigt, als die mitgeprüften beiden Registrierinstrumente; von den beiden letzteren wies der Lambrechtsche Hygrograph eine etwas größere Genauigkeit auf als das andere Registrierinstrument. Bei allen drei Instrumenten erfolgte die Anpassung an die neue Luftfeuchtigkeit innerhalb sehr kurzer Zeit, so daß die Schnelligkeit der Anzeige eine für technische Zwecke durchaus ausreichende ist. Auch Thermometer haben bekanntlich eine gewisse Trägheit der Anzeige bei Temperaturänderungen, so daß auch Psychrometer nicht schneller folgen werden als Haarhygrometer.

In manchen Fällen ist es erwünscht, die Luftfeuchtigkeit an mehreren Stellen eines großen Raumes oder in verschiedenen Räumen zu messen und diese Anzeigen zwecks Kontrolle an einer Stelle, z. B. im Betriebsbüro, zusammenlaufen zu lassen. Diesen Zwecken dienen die Feuchtigkeitsmesser mit Fernanzeige. Die Übertragung der Anzeige der an verschiedenen Stellen herrschenden Luftfeuchtigkeit an die Sammelstelle erfolgt auf elektrischem Wege. Bei dem Instrument von Hartmann und Braun werden an Stelle der üblichen Psychrometer-Thermometer mehrere hintereinander geschaltete Thermoelemente benutzt, deren Kaltlötstellen durch eine feuchtgehaltene Musselinhülle vereinigt sind; die anderen Lötstellen sind der Raumtemperatur ausgesetzt. Infolge Verdunstung des Wassers entsprechend dem Feuchtigkeitsgehalt der Luft wird den feuchten Lötstellen Wärme entzogen, es entsteht demnach zwischen beiden Lötstellengruppen ein Temperaturgefälle, die von vorher bekannte psychrometrische Differenz, durch die ein Thermostrom erzeugt wird. Dessen, einen Maßstab für die psychrometrische Differenz bildende Stärke kann an einem in beliebiger Entfernung angebrachten und mit einer geeichten Skala versehenen Galvanometer abgelesen werden. Schwankt die Raumtemperatur um mehr als $\pm 2\%$, so muß, da die psychrometrische Differenz für dieselbe relative Luftfeuchtigkeit je nach dem Temperaturbereich verschieden groß ist (s. die Jelinekschen Tabellen), gleichzeitig auch die Temperatur gemessen und berücksichtigt werden. Das geschieht durch ein bei den Thermoelementen angeordnetes Widerstandsthermometer. Das Ablesegerät zeigt daher mittels eines Zeigers auf einer Skala die Temperatur an, während ein zweiter, von dem Psychrometer beeinflußter Zeiger vor einer zweiten Skala spielt, die die bekannten Sättigungskurven aufweist. Es ist nun zuerst die Temperatur abzulesen und unter Benutzung dieses Wertes auf der Kurventafel gemäß der Anzeige des Psychrometerzeigers die relative Feuchtigkeit zu entnehmen. Es können beliebig viele, an verschiedenen Stellen des Betriebes vorhandene Meßgeräte durch entsprechende Schalter an eine Ablesevorrichtung geschaltet werden. Bei dem Fernmeßgerät von Siemens & Halske sind zwei durch eine Scheidewand getrennte Quarzglas-Widerstandsthermometer angeordnet, von denen das eine durch eine Musselinehülle feucht gehalten werden kann. Mittels eines vor den Thermometern angebrachten Ventilators werden beide gleichzeitig belüftet und ergeben dann in dem Unterschied ihrer dem Feuchtigkeitsgehalt der Raumluft entsprechenden Anzeige die psychrometrische Differenz. Die beiden Thermometer können durch getrennte Leitungen einzeln an ein Fern-

Digitized by Google

ablesegerät geschaltet werden; die Ablesung der Anzeige des feuchten Thermometers darf erst nach einigen Minuten Laufzeit des Ventilators erfolgen, da es erst dann seinen tiefsten Stand erreicht hat. Aus der gefundenen psychrometrischen Differenz kann die Raumfeuchtigkeit aus den Tabellen entnommen werden. Beliebig viele Thermometerpaare in verschiedenen Räumen können auf diese Weise leicht von einer Stelle aus abgelesen werden.

Das in jüngster Zeit bekannt gewordene Instrument von Keiser & Schmidt besitzt Thermoelemente, die sich in porösen Tonröhrchen befinden und durch diese an Stelle der sonst angewendeten Musselinehülle befeuchtet werden. Infolgedessen können die Instrumente auch bei Temperaturen über 150° verwendet werden, was bei den anderen ausgeschlossen ist; zu befürchten ist allerdings, daß die Anpassung der von den Tonröhrchen eingeschlossenen Thermoelemente an Änderungen der Raumtemperatur langsamer erfolgen wird, als bei frei liegenden Elementen.

Die Wirkung atmosphärischer Einflüsse auf Faserstoffe[1].

Von **H. Sommer.**

In Anbetracht ihrer großen wirtschaftlichen Bedeutung ist die Frage der Wirkung der atmosphärischen Einflüsse auf Faserstoffe in den letzten Jahren von verschiedenen Seiten zum Gegenstand von Untersuchungen gemacht worden. Auch im Staatlichen Materialprüfungsamt sind seit längerer Zeit eingehende Untersuchungen in dieser Richtung vorgenommen worden. Über die Wirkung der ultravioletten Strahlen, die hauptsächlich für die beim Bewettern von Faserstoffen eintretenden Zerstörungen verantwortlich zu machen sind, auf die Festigkeitseigenschaften der Faserstoffe ist bereits vor einiger Zeit eine Mitteilung des Amts[2] erschienen. Weitere Versuche sind im Amt darüber angestellt worden, wie sich die atmosphärischen Einflüsse an Geweben auswirken. Über die bei diesen Versuchen gemachten Beobachtungen soll im nachfolgenden berichtet werden.

Die Bewetterungsversuche wurden in folgender Weise vorgenommen. Gewebeproben der weiter unten näher beschriebenen Art, hauptsächlich Wollstoffe, daneben einige Seidenstoffe und verschiedene Gewebe aus Pflanzenfasern (Baumwolle, Flachs, Hanf, Jute, Kunstseide), wurden der ungehinderten Einwirkung einer von Rauch und Nebeneinflüssen möglichst freien Atmosphäre ausgesetzt. Die Proben waren zu diesem Zweck auf einem unter 45° geneigten, nach Süden gerichteten Rahmen auf dem Dache der Sternwarte in Neubabelsberg bei Potsdam befestigt, die auf einer die Umgebung um etwa 30 m überragenden Anhöhe liegt. Mit einigen der Proben wurden in gleicher Weise Parallelversuche auf dem Dache des in der Nähe des Bahnhofes Lichterfelde-West gelegenen Amtes vorgenommen; diese Proben waren im Gegensatz zu den vorerwähnten einer durch Ruß und Heizgase der Lokomotiven gelegentlich verunreinigten Atmosphäre ausgesetzt. Im ganzen wurden etwa 50 verschiedene Gewebeproben der Bewetterung, d. h. der vereinigten Einwirkung von Licht, Luft und Wetter unterworfen. Die Beobachtungszeit erstreckte sich über ein Jahr, von Ende Februar 1925 bis Ende Februar 1926; in Zeitabständen von einem Vierteljahr wurden von den Stoffen Proben für die Prüfung auf eingetretene Schädigung entnommen. Über die während der Beobachtungszeit herrschenden Belichtungsverhältnisse, ausgedrückt in Sonnenscheinstunden nach Aufzeichnungen des Preußischen Meteorologischen Instituts in Berlin, gibt Abb. 1 eine Übersicht. Auf die einzelnen

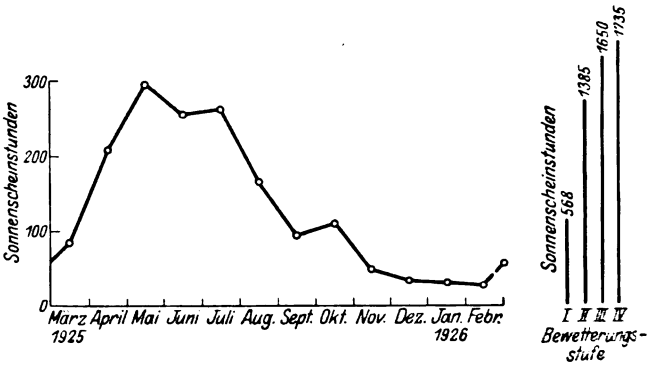


Abb. 1. Abhängigkeit der monatlichen Sonnenscheinstunden von der Jahreszeit, von Ende Februar 1925 bis Ende Februar 1926. (Gültig für Berlin-Dahlem und Neubabelsberg.)

Bewetterungsstufen verteilte sich die Zahl der Sonnenscheinstunden wie folgt:

		Beobachtungszeit		Zahl der Sonnenscheinstunden (f. Neubabelsberg und Dahlem)
1. Vierteljahr		21. 2. 25 bis	25. 5. 25	568
2. „		26. 5. 25 „	27. 8. 25	817
3. „		28. 8. 25 „	28. 11. 25	265
4. „		29. 11. 25 „	26. 2. 26	85
somit für				
	I	21. 2. 25 bis	25. 5. 25 insgesamt	568
Bewetterungs-	II	21. 2. 25 „	27. 8. 25 „	1385
stufe	III	21. 2. 25 „	28. 11. 25 „	1650
	IV	21. 2. 25 „	26. 2. 26 „	1735

Die relativ stärkste Einwirkung atmosphärischer Einflüsse, sofern diese hauptsächlich vom Sonnenlicht abhängig ist, dürfte demnach, der größten Zahl der Sonnenscheinstunden und zugleich der in dieser Zeit größten Intensität des Sonnenlichts entsprechend, im 2. Vierteljahr der Bewetterungsdauer stattgefunden haben, die geringste Einwirkung im letzten Vierteljahr.

Die Untersuchung der bewetterten Proben erstreckte sich im allgemeinen auf die eingetretenen Veränderungen im Aussehen, im Gewicht, in den chemischen Eigenschaften und in der Festigkeit. Zur Ermittlung der Gewichtsänderung wurde zunächst nach mehrstündigem Ausliegen bei 65% rel. Luftfeuchtigkeit das Quadratmetergewicht der Proben bestimmt; infolge der beim Bewettern bei allen Proben mehr oder weniger eingetretenen Schrumpfung mußten diese Werte nach

[1] Original: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1927, Nr. 1/4.

[2] Heermann und Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 5/6.

Digitized by Google

Maßgabe der veränderten Fadendichte in Kette und Schuß auf den Ursprungszustand umgerechnet werden. Die umgerechneten Werte sind als „reduziertes Quadratmetergewicht" in den nachfolgenden Tabellen eingetragen und zur Berechnung der Gewichtsänderung benutzt worden. Die Festigkeitsprüfung, die sich bei den vorliegenden Untersuchungen als der brauchbarste Maßstab für die Beurteilung der Größe der eingetretenen Schädigung erwiesen hat, wurde bei sämtlichen Gewebeproben nach mehrstündigem Ausliegen bei 65% rel. Luftfeuchtigkeit auf einem Schopperschen Festigkeitsprüfer mit einer freien Einspannlänge von 100 mm ausgeführt. Die Streifenbreite betrug bei dem der Witterung nicht ausgesetzten Material (Ursprungszustand) 30 mm, die Streifen der bewetterten sowie derjenigen der einer besonderen Vorbehandlung unterzogenen Proben des gleichen Ursprungsmaterials wurden auf eine den Rohstreifen gleiche Fadenzahl gebracht, um direkt vergleichbare Werte zu erhalten. Um die eingetretenen Festigkeitsverluste bei den einzelnen Bewetterungsstufen der verschiedenen Gewebeproben noch bequemer untereinander vergleichen zu können, sind die ermittelten Festigkeitswerte auf die gleich 100 gesetzte Ursprungsfestigkeit bezogen und die so erhaltenen Verhältniszahlen in den nachfolgenden Tabellen in Klammern angegeben worden.

1. Wollstoffe.

Die ersten Beobachtungen über den Einfluß des Sonnenlichts auf Wolle hinsichtlich ihres färberischen Verhaltens hat bereits Loebner[1] gemacht. Viel später erst konnte Saurer[2] mit Hilfe der Bestimmung des Stickstoffs der in verdünnter Kalilauge löslichen Wollsubstanz nachweisen, daß unter Glas belichtete Wolle eine Zunahme des „löslichen Stickstoffs" aufweist, und daß bei gefärbten Wollen die Färbung einen hemmenden Einfluß auf die Wirkung des Lichts ausübt.

Aber erst die schon 1916 gemachten und 1919 veröffentlichten sehr interessanten Beobachtungen von Kertesz[3] wiesen auf die tiefgreifenden Veränderungen hin, die Wolltuche durch längere Einwirkung atmosphärischer Einflüsse erleiden. Kertesz hatte an im Felde getragenen Militärröcken beobachtet, daß sie an Stellen, die nicht der mechanischen Einwirkung durch Abscheuern ausgesetzt waren, eine abgeschabte Oberfläche aufwiesen und die Gewebebindung hervortreten ließen. Durch Versuche konnte Kertesz nachweisen, daß für die Entstehung dieses Wollschwundes weder 1. minderwertiges Rohmaterial, noch 2. Schädigungen beim Färben, noch 3. besondere, eine Abnutzung herbeiführende Umstände im Felde, z. B. Einwirkung von Gasen oder Dünsten, noch 4. alkalisches Dämpfen beim Desinfizieren in Betracht kamen. Vielmehr fand er, daß die gleichen Erscheinungen — Verlust der feinen Rauhhaare, abgeschabte Oberfläche, deutliches Hervortreten der Gewebebindung — bei allen Wollgeweben eintritt, wenn sie einer mehrmonatigen Einwirkung von Licht und Wetter ausgesetzt werden. Nach einer Bewetterung von 8 Monaten war z. B. bei einem rohweißen Wollstoff ein Festigkeitsrückgang von 35% zu verzeichnen, als Folgeerscheinung des eingetretenen, durch die Biuretreaktion und das Auftreten einer sauren Reaktion nachweisbaren teilweisen Zerfalls der Wollsubstanz. Die physikalischen Eigenschaften des Tuches spielen hierbei eine gewisse Rolle: je weicher das Tuch im Griff, desto größer die eintretende Schädigung. Eine vorbeugende Wirkung üben Farbstoffe und besonders gewisse Metallsalze, wie Alaun, Eisensalze und in besonderem Maße Chromsalze, aus. Die letztere Beobachtung ist bereits 1913 von der Firma A. Rechberg in Hersfeld gemacht worden und hat zu einem Vorchromierungsverfahren für küpengefärbte Wolle geführt[1]. Kertesz hat ferner darauf hingewiesen, daß sich belichtete Wolle mit Methylenblau, im essigsauren Bade bei 50° ausgefärbt, stärker anfärbt als unbelichtete, und daß die gleichen Zerstörungen wie beim Exponieren an der Luft bei einem nur wenige Tage dauernden Bestrahlen der Wollstoffe mit einer Quecksilberdampflampe eintreten.

Gegen die Kerteszschen Beobachtungen wandte nun v. Kapff[2] ein, daß — wenn auch die Möglichkeit einer Faserzerstörung durch Lichtstrahlen nicht ganz abzulehnen sei —, eine solche Zerstörung erst durch ein viele Monate langes Aushängen der Stoffe im Freien eintritt, wie es praktisch nie vorkommt, so daß der Verschleiß eines Anzugs durch mechanische Abreibung längst vorher eingetreten wäre. Auch Waentig[3] bezweifelt auf Grund seiner Untersuchungen mit ultravioletten Strahlen, die nach ihm nur eine geringe Faserschwächung hervorbringen sollen, ob es sich bei den Kerteszschen Versuchen um eine rein photochemische Reaktion handelt; zur Erklärung der Kerteszschen Beobachtungen nimmt Waentig eine Beeinflussung der Biegungselastizität der Faser an. Dagegen konnte v. Bergen[4] nachweisen, daß der zerstörende Einfluß des Sonnenlichts auf die Wolle schon am Vließ des Schafes auftritt und sich durch eine chemische Veränderung der Wollspitzen bemerkbar macht. In weiteren sehr interessanten Arbeiten hat v. Bergen[5] insbesondere das färberische Verhalten belichteter Wolle untersucht und gefunden, daß sie sich mit gewissen Farbstoffen tiefer, mit anderen schwächer anfärbt als unbelichtete Wolle; gemessen an der Biuretreaktion ist die Schädigung belichteter naturbrauner Haare geringer als bei weißer Wolle, und die Gegenwart von Säuren verstärkt, die von Alkalien schwächt die Sonnenwirkung ab. Auch unter Glas geschützte Wolle wird durch Licht, also auch von Strahlen über 3500 AE, geschädigt. Offenbar ist aber die Wirkung der langwelligen Strahlen eine sehr viel geringere, denn Krais und Biltz[6] fanden bei 100 Sonnenscheinstunden hinter

[1] Loebner: Flecken in Wollwaren.

[2] Saurer: Z. angew. Chem. 1916, S. 424.

[3] Kertesz: Z. angew. Chem. 1919, S. 168; Textile Forsch. 1919, S. 63.

[1] D. R. P. Nr. 286340.

[2] v. Kapff: Färber-Ztg. 1919, S. 273; Melliand Textilber. 1923, S. 183.

[3] Waentig: Textile Forsch. 1921, S. 15; Z. angew. Chem. 1923, S. 357.

[4] v. Bergen: Melliand Textilber. 1923, H. 1/3.

[5] v. Bergen: Melliand Textilber. 1925, H. 10; 1926, H. 5.

[6] Krais und Biltz: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 8.

Digitized by Google

Glas belichteten gefärbten Wollhaaren keine Abnahme in der Festigkeit, wohl aber in der Dehnung.

Bei den früher im Materialprüfungsamt vorgenommenen Versuchen[1] wurde ebenfalls gefunden, daß Wollhaare durch ultraviolette Strahlen beträchtlich in der Festigkeit leiden und insbesondere merklich spröde werden. Das Chromieren gewährt gegen Sprödewerden und Festigkeitsrückgang der Wollhaare durch die Belichtung einen gewissen Schutz. Gelegentlich der Untersuchungen über die Einwirkung ultravioletter Strahlen auf Farbstoffsysteme[2] wurden ferner die Kerteszschen Beobachtungen über das Eintreten des Wollschwundes an gefärbten Wollproben bestätigt, worüber Heermann[3] berichtet hat; der Wollschwund wurde erst nach einer Waschbehandlung der bis zu einem halben Jahr im Freien dem Sonnenlicht ausgesetzten Proben deutlich sichtbar, besonders stark bei geküpten Wollwaren. Eine weitere Bestätigung des Wollschwundes durch Lichtwirkung ergab sich bei Versuchen an 5 Wollstoffen, die auf Antrag von Kertesz[4] zur Überprüfung seiner Beobachtungen vorgenommen wurden; das vom Amt hierüber ausgefertigte Gutachten ist von Kertesz[5] bereits an anderer Stelle veröffentlicht worden.

Die neuen, in der eingangs beschriebenen Weise ausgeführten Bewetterungsversuche wurden mit Uniformtuchen, die noch aus der Vorkriegszeit stammten, sowie mit mehreren leichteren rohweißen Wollstoffen, sog. reinwollenem Melton, vorgenommen. Sämtliche Stoffe waren von bester Qualität und bestanden aus gesunder Wolle von etwa 20 bis 25 μ Feinheit. An den feldgrauen Uniformtuchen sollten insbesondere etwaige Unterschiede im Verhalten chrom- und küpengefärbter Wolle untersucht werden, während die rohweißen Stoffe, in verschiedener Weise vorbehandelt, Aufschluß über den Einfluß des Chromierens, der Vorbehandlung mit Säuren und Alkalien sowie der Färbung und Farbtiefe geben sollten.

a) Chrom- und küpengefärbte Wolle, Einfluß des Chromierens. Der besseren Übersicht halber sollen zunächst nur die Ergebnisse besprochen werden, die 4 feldgraue Militärtuche, und zwar 2 chrom- und 2 küpengefärbte, ferner 3 als alizaringefärbt bezeichnete Tuche und 1 reinwollener Melton (rohweiß und chromiert) gezeitigt haben. (Proben Nr. 1—8, 51 bis 53; nähere Beschreibung derselben in Tabelle 1.) Die erste sichtbare Veränderung im Aussehen, eine beginnende Lichtung des Wollflaumes auf der belichteten Seite der Stoffe, war beim rohweißen Melton Nr. 5 und 6 nach 2 bis 3 Monaten, bei den übrigen Proben nach etwa einem halben Jahr zu bemerken. Infolge der Einwirkung der Atmosphäre ist bei den küpengefärbten feldgrauen Militärstoffen Nr. 3 und 4 sowie den Proben Nr. 5 und 6 zunächst eine merkliche Vergilbung, später Grauwerden, bei den chromgefärbten Militärstoffen Nr. 1 und 2 sowie dem chromierten Melton Nr. 8 dagegen eine deutliche Farbtonänderung nach Blau eingetreten, die an der chromierten Wolle offenbar durch Reduktionswirkung des Lichtes entstanden ist. Schon nach einem halben Jahr wies die belichtete Seite von Nr. 5 und 6 fast vollständigen Schwund der Wolldecke auf, nach $^3/_4$jähriger Bewetterung war kein hervorstehendes Wollhaar mehr zu sehen, während die vom Sonnenlicht nicht direkt getroffene Rückseite sich in dieser Zeit nur sehr wenig, bei den übrigen Proben fast gar nicht verändert hat. Bei den Militärtuchen Nr. 1 bis 4, den Tuchen Nr. 51 bis 53 und der chromierten Probe Nr. 8 war dagegen auch nach 1jähriger bzw. $^3/_4$jähriger Belichtung noch immer vereinzelter Wollflaum neben der deutlich hervortretenden Bindung zu sehen. Mit zunehmender Belichtungszeit zeigten sämtliche Proben, je nach dem Grade des eingetretenen Wollschwundes einen merklich härteren Griff, nach Ablauf der gesamten Versuchsdauer waren sie mehr oder weniger hart und brettig geworden. Beim Falten hörte man ein Knistern, hervorgerufen durch das Brechen eines dünnen, leimartigen Überzuges, der sich auf der belichteten Seite gebildet hatte und sich durch Schaben oder durch Waschen mit etwa 35° warmer $^1/_2$proz. Marseiller Seifenlösung leicht entfernen ließ. Nach dem Waschen ist bei allen Proben die Erscheinung des Wollschwundes viel deutlicher zu erkennen als vorher, die Bindung tritt klar hervor, und die Proben fühlen sich wieder weicher an; die Militärtuche zeigen untereinander keine merklichen Unterschiede, von den Proben Nr. 51 bis 53 weist das gelbe Tuch Nr. 53 einen besonders starken Wollschwund auf. Abb. 2 gibt das Aussehen der belichteten und gewaschenen Proben Nr. 5 und 8 wieder und läßt den Unterschied zwischen rohweißer und chromierter Wolle in den einzelnen Belichtungsstufen erkennen.

Der leimartige Überzug ist übrigens schon durch Wasser teilweise entfernbar, besonders die rohweißen Proben Nr. 5 und 6 zeigen ihn nach $^3/_4$jähriger Versuchsdauer in weit geringerem Maße als nach $^1/_2$jähriger, er ist offenbar durch Regen teilweise heruntergewaschen worden. Seine Entstehung verdankt er der Mitwirkung von Nässe beim Belichten, wie sich durch Vergleich mit Belichtungsversuchen ergibt, die im Jahre 1924/25 mit dem gleichen Stoff Nr. 5 — und zwar rohweiß, chromiert und nach verschiedenen Färbeverfahren ausgefärbt — teils unter Glas, teils im Freien, jedoch vor Nässe geschützt, mit einer Versuchsdauer von 9 Monaten vorgenommen wurden. Bei diesen im Freien belichteten Proben war der Wollschwund allmählich, bei den chromierten und gefärbten Proben wesentlich langsamer als bei der rohweißen, eingetreten, ohne daß sich der obenerwähnte leimartige Überzug gezeigt hätte; die chromgefärbten Proben schienen übrigens hierbei etwas lichtwiderstandsfähiger als die küpengefärbten zu sein. Auch beim Bestrahlen mit einer Quecksilberdampflampe tritt der Wollschwund ein, deutlich sichtbar erst nach einem leichten Waschen der belichteten Probe; auch hierbei ist von der Bildung eines leimartigen Überzuges nichts zu bemerken. Offenbar sind es also die Abbauprodukte der durch die Belichtung zerstörten Wolle, die beim

[1] Heermann und Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 5/6.

[2] Heermann und Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 3.

[3] Heermann: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1924, S. 313.

[4] Kertesz: Melliand Textilber. 1923, H. 6.

[5] Kertesz: Chem.-Ztg. 1926, S. 661; Melliand Textilber. 1926, H. 11.

Digitized by Google

Bewettern teilweise durch Regen und Tau in Lösung gebracht worden sind, sich über die Oberfläche des Stoffes verteilt und den leimartigen Überzug gebildet haben, in dem unzählige kleine Bruchstücke von Wollhaaren eingebettet sind; letztere sind die dem Einfluß des Lichts besonders stark ausgesetzten Rauhhaare, die

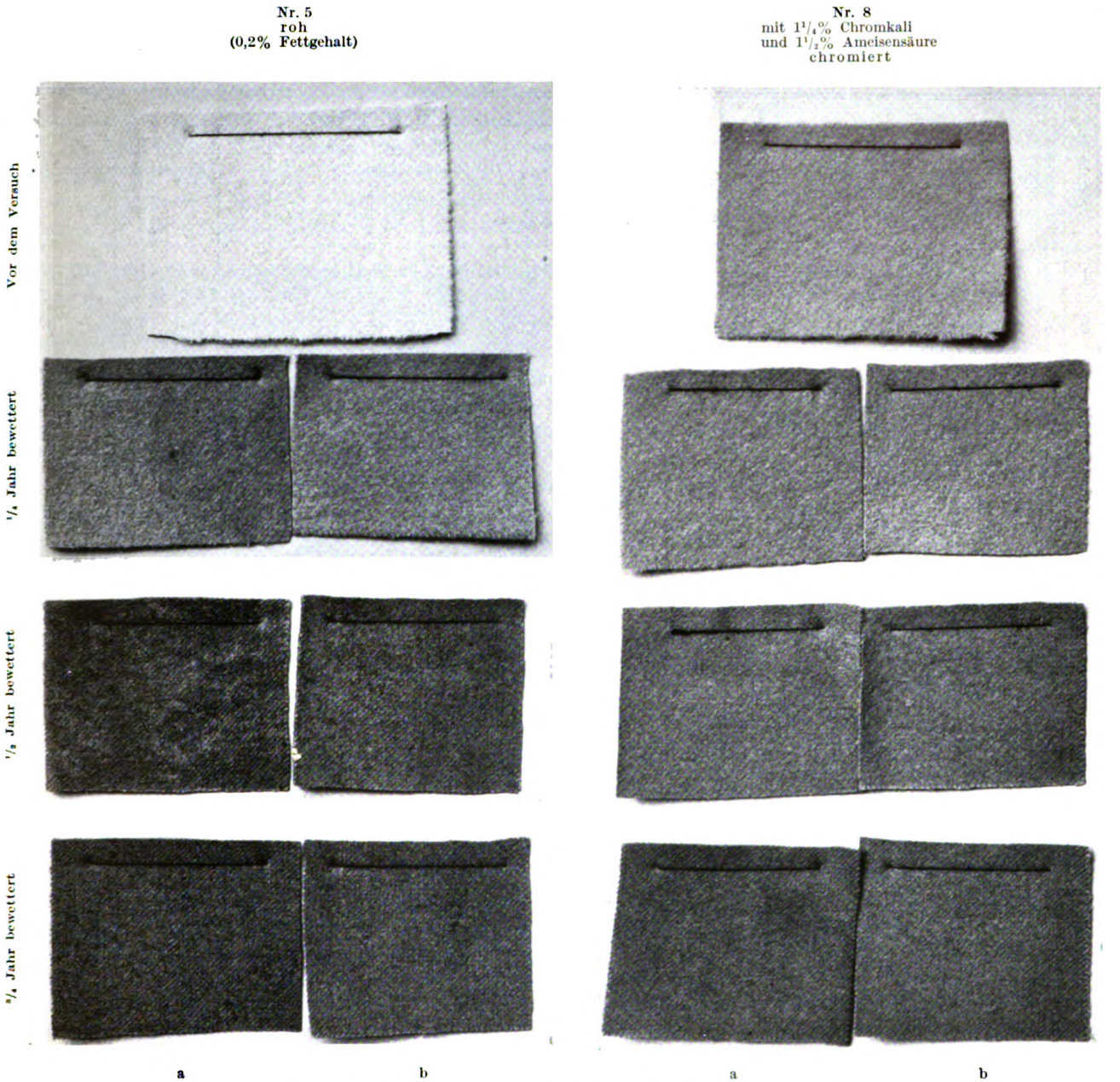


Abb. 2. Wollschwund bei rohem (Nr. 5) und chromiertem Melton (Nr. 8).
a = ungewaschen; b = nach Versuchsabschluß gewaschen.

spröde geworden und durch geringste mechanische Beanspruchung (Wind, Regen) zertrümmert worden sind. Man kann dies leicht durch eine mikroskopische Prüfung des leimartigen Überzuges feststellen (Abb. 3).

Die Ergebnisse der Festigkeitsprüfung, die an den vorher in etwa 35° warmer ½proz. Marseiller Seifenlösung leicht gewaschenen Proben vorgenommen wurde, gehen aus Tabelle 1 hervor. Bei allen Proben ist ein Rückgang der Festigkeit und Dehnung zu verzeichnen, und zwar verläuft die Festigkeitsabnahme bei den sehr dichten Proben Nr. 1 bis 4 annähernd proportional der Zahl der auf die Belichtungszeit entfallenden Sonnenscheinstunden (Abb. 4). Bei den in ihrem technischen Aufbau erheblich weniger dichten Meltonproben ist dagegen zu erkennen, daß im 2. Vierteljahr der Bewetterung, also zur Zeit der größten Intensität der Sonnenstrahlung, die zerstörende Einwirkung relativ am größten ist; dasselbe Verhalten zeigen auch die übrigen untersuchten Meltonproben (Nr. 18 bis 26, Abb. 6 und 7). Der verhältnismäßig geringen Tiefenwirkung der ultravioletten Strahlen des Sonnenlichts entsprechend, ist der Festigkeitsverlust bei den schwereren, also dickeren Militärtuchen geringer als bei den Proben Nr. 5 bis 8, auch kommt hier noch die Schutzwirkung der Farbstoffe hinzu. Die chromgefärbten Stoffe Nr. 1 und 2 haben sich auch hier wieder als etwas widerstandsfähiger erwiesen als die küpengefärbten Nr. 3 und 4; auffallend gut haben sich auch die alizaringefärbten Proben Nr. 51 bis

Digitized by Google

53 ihre Festigkeitseigenschaften erhalten. Die Versuche mit dem reinwollenen Melton zeigen deutlich, daß Fett eine geringe und das Chromieren eine recht bedeutende Schutzwirkung ausübt. Wenn auch durch das Chromieren selbst ein Festigkeitsverlust von 9% eingetreten ist, so wird doch dieser Verlust durch die größere Lichtfestigkeit der chromierten Wolle beim Bewettern sehr bald ausgeglichen, etwa nach 300 Sonnenscheinstunden; Zu erwähnen ist noch, daß bei den bewetterten Wollstoffen mit fortschreitender Zerstörung eine nicht unerhebliche Flächenschrumpfung, zum Teil bis zu 15%, sowie eine außerordentliche Steigerung der Netzfähigkeit eintritt. Infolge der Schrumpfung sind die ermittelten Dehnungswerte — und dies gilt für sämtliche bewetterten Stoffe — zu hoch ausgefallen; berücksichtigt man diesen Umstand, so ist zu erkennen, daß auch

Tabelle 1. Festigkeitseigenschaften bewetterter Wollstoffe (Nr. 1—8 und 51—53).

Versuchs-Nr.	Versuchsort[1]	Versuchsmaterial	Quadratmetergew. bei 65% Luftfeuchtigkeit g	Anzahl der Fäden auf 10 cm		Gewebefestigkeit in der Kettrichtung[3]										
						Ursprungszustand		Zugfestigkeit kg Bewetterungsstufe					Bruchdehnung % Bewetterungsstufe				
				Kette	Schuß	Reißlänge km	ƒ±%[2]	0	I	II	III	IV	0	I	II	III	IV
1	a	Feldgraues Hosentuch, Tuchbindung, chromfarben	503	180	130	1,74	0,33	26,41 (100)	24,95 (94,5)	22,96 (87)	22,68 (86)	22,23 (84)	46,6 (100)	46,7 (100)	41,3 (88,5)	39,7 (85)	39,7 (85)
2	a	Feldgraues Hosentuch, Tuchbindung, chromfarben	530	180	160	1,40	0,82	22,21 (100)	20,10 (90,5)	18,76 (84)	—	18,63 (83,5)	49,4 (100)	49,0 (99)	45,3 (92)	—	43,7 (88,5)
3	a	Feldgraues Hosentuch, Tuchbindung, küpenfarben	525	180	160	1,38	1,00	21,83 (100)	20,05 (92)	17,98 (82,5)	17,90 (82)	16,70 (76,5)	44,0 (100)	45,7 (104)	43,3 (98)	39,7 (90)	38,3 (87)
4	a	Feldgraues Rocktuch, Tuchbindung, küpenfarben	507	188	185	1,50	0,94	22,79 (100)	19,55 (86)	16,81 (74)	16,20 (71)	15,88 (69,5)	43,2 (100)	45,0 (104)	40,0 (92,5)	38,7 (89,5)	36,3 (84)
51	b	Blaues Tuch, Köper $^2/_2$, alizarinfarben	425	168	160	1,74	0,68	21,23 (100)	—	—	19,43 (91,5)	—	26,6 (100)	—	—	29,2 (110)	—
52	b	Grünes Tuch, Tuchbindung, alizarinfarben	498	190	150	1,27	0,70	19,06 (100)	—	—	17,28 (90,5)	—	33,8 (100)	—	—	36,0 (106)	—
53	b	Gelbes Tuch, Tuchbindung, alizarinfarben	432	194	168	1,34	0,18	17,38 (100)	—	—	15,50 (89)	—	40,3 (100)	—	—	41,0 (102)	—
5	a	Reinwollener Melton, Köper $^2/_2$, Kette und Schuß einfaches Garn, rohweiß 0,2% Fett	260	240	230	1,62	1,05	12,62 (100)	10,53 (83)	3,98 (34,5)	3,15 (25)	—	29,6 (100)	30,0 (101)	13,7 (46)	7,7 (26)	—
6	a	derselbe, mit Äther entfettet	—	—	—	—	—	—	—	—	2,80 (22)	—	—	—	—	7,7 (26)	—
7a	a	derselbe, mit 11,8% fettsäurehaltig. Olivenöl präpariert	—	—	—	—	—	—	—	—	4,73 (37,5)	—	—	—	—	14,8 (50)	—
7b	a	derselbe, mit 14,4% rohem Wollfett präpariert	—	—	—	—	—	—	—	—	4,90 (39)	—	—	—	—	16,0 (54)	—
8	a	derselbe mit $1^1/_4$% Chromkali und $1^1/_2$% Ameisensäure chromiert	—	—	—	—	1,61	11,48 (100)	11,40 (99)	8,25 (72)	6,91 (60)	—	32,4 (100)	34,3 (106)	19,7 (61)	16,3 (50,5)	—

praktisch ist während des ersten Vierteljahres (= 568 Sonnenscheinstunden) bei der chromierten Probe (Nr. 8) die Festigkeit die gleiche geblieben, während der Festigkeitsverlust nach $^1/_2$jähriger Bewetterung nur 40% gegenüber 75% bei der rohweißen Probe (Nr. 5) beträgt. bei der chromierten Probe Nr. 8 schon die erste Bewetterungsstufe eine geringe Schädigung hervorgebracht hat, wie überhaupt der Beginn der Zerstörung sich nicht zuerst an der Festigkeit, sondern an einer verringerten Dehnbarkeit bemerkbar macht.

Auch eine merkliche Gewichtsabnahme (Tabelle 2) ist mit fortschreitender Bewetterung festzustellen, und zwar verläuft die Gewichtsabnahme zunächst proportional der Zahl der zur Einwirkung gelangten Sonnenscheinstunden, ist aber in der letzten Hälfte der Versuchsdauer, also einer ausgesprochenen Regenzeit, etwas stärker als in der ersten (Abb. 5). Die Gewichtsverluste geben ebenfalls, besonders bei den Proben Nr. 5 und 8, annähernd dasselbe Bild über die relative Größe der eingetretenen Schädigung wie die Festigkeitsversuche. Die Entstehung des Gewichtsverlustes ist damit zu erklären, daß sich das polypeptidartig aufgebaute Woll-

[1] a: Neubabelsberg, b: Berlin-Dahlem.

[2] Wahrscheinlicher mittlerer Fehler des arithmetischen Mittels.

[3] Mittel aus mindestens je 3 Versuchen, nach Maßgabe des verfügbaren Materials. Freie Einspannlänge 100 mm. Streifenbreite der unbewetterten Proben 30 mm. Die Streifen der bewetterten Proben wurden auf die entsprechend gleiche Fadenzahl gebracht, die Streifen der Proben Nr. 6 bis 8 wurden nach der Fadenzahl der unbewetterten Probe Nr. 5 bemessen. Geprüft wurde bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit und 19° C Zimmerwärme. Die in Klammern angegebenen Verhältniszahlen sind auf den gleich 100 gesetzten Wert der betreffenden unbewetterten Probe bezogen.

Digitized by Google

molekül durch Einwirkung des Lichts, vermutlich durch Anwesenheit von Feuchtigkeit begünstigt, in leichtlösliche Peptonkörper, Aminosäuren (darunter Tyrosin, Zystin) usw. aufspaltet, die durch den Regen — unter Zwischenbildung des erwähnten leimartigen Überzuges — teilweise entfernt worden sind.

Die durch die Bewetterung entstandenen Spaltungsprodukte der Wolle sind im wäßrigen Auszug nachweisbar, worauf schon Kertesz hinwies. Da ist zunächst eine saure Reaktion zu beobachten, die teilweise wohl wohl von den Aminosäuren, hauptsächlich aber von Schwefelsäure herrührt, die durch die Oxydation des bei der Spaltung des Wollmoleküles bzw. dessen Abbauprodukt, des Zystins, freigewordenen Schwefels entstanden ist. Je nach dem Grade der eingetretenen Schädigung ist die Menge der entstandenen Schwefelsäure

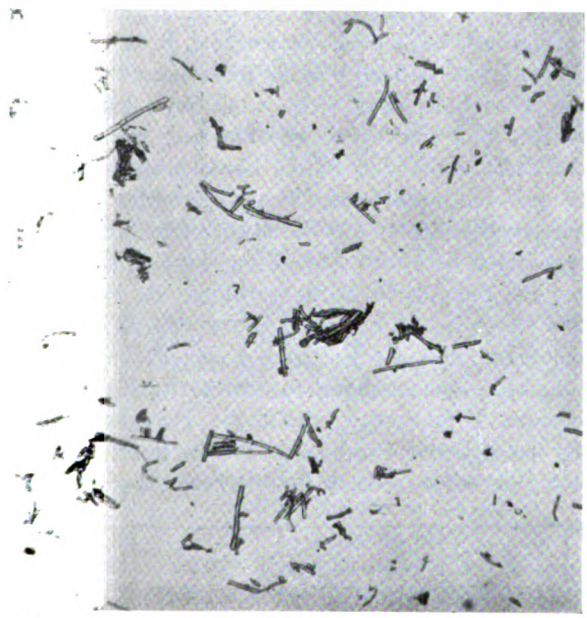


Abb. 3. Bruchstücke von durch Bewetterung spröde gewordenen Wollhaaren.

verschieden (Tabelle 2); sie nimmt mit fortschreitender Belichtung bis zu einem gewissen Grade zu, bei den höheren Bewetterungsstufen ist jedoch infolge der auswaschenden Wirkung des Regens keine merkliche Zunahme mehr vorhanden. Für den Grad der eingetretenen Schädigung ist die gefundene Säuremenge also kein brauchbarer Maßstab, und dies trifft aus gleichem Grunde für die Biuretreaktion (Tabelle 2) zu; immerhin geben die erhaltenen Verhältniswerte einen annähernden Überblick über das Verhalten der einzelnen Proben. Führt man die Biuretreaktion in der von Kertesz angegebenen Form aus, indem man von der mit 1proz. Sodalösung bei 50° in Lösung gebrachten abgebauten Wollsubstanz ausgeht, so bekommt man übrigens bei den höheren Bewetterungsstufen erhebliche Farbtonverschiebungen von Violett nach Rot bis Braun hin, die eine quantitative Auswertung mit der Vergleichswollösung sehr erschweren bzw. unmöglich machen. Diese Farbtonverschiebung erscheint verständlich, wenn man bedenkt, daß das Wollhaar in seinen einzelnen Teilen (Schuppenschicht, Kittsubstanz, Faserschicht) chemisch nicht einheitlich aufgebaut ist; während in der für die kolorimetrische Prüfung hergestellten Vergleichswollösung alle Bausteine der Wolle gleichmäßig vertreten sind, enthält der Sodaauszug der bewetterten Proben je nach deren Zerstörungsgrad zunächst hauptsächlich die Bausteine der Kittsubstanz, dann in zunehmendem Maße die der Faserschicht, die alle verschieden reagieren. Störend sind

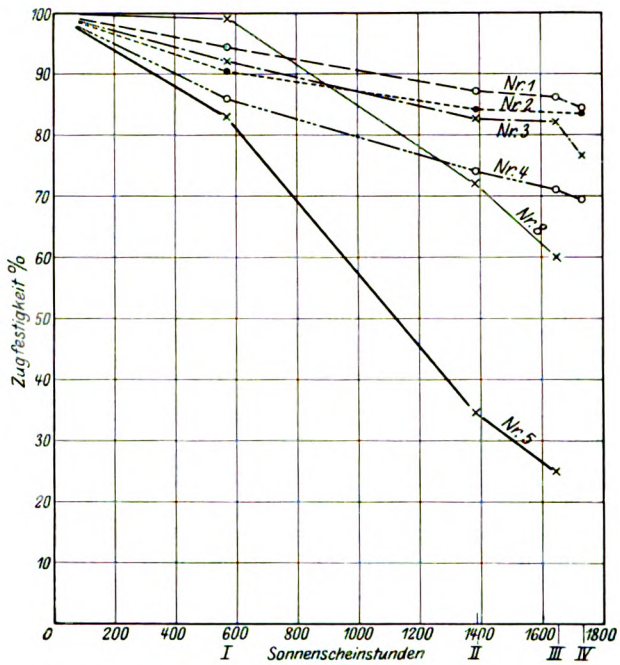


Abb. 4. Festigkeitsabnahme bewetterter Wollstoffe (Nr. 1 bis 8).

offenbar auch die in Lösung gegangenen sulfidischen Bestandteile der Abbauprodukte, des Zystins; beim Ansäuern des Sodaauszuges werden merkliche Mengen Schwefelwasserstoff frei. Zur Vermeidung dieser Nebenreaktion wurde daher die Biuretreaktion, nach dem Vorschlage von v. Bergen, an dem wäßrigen Auszug, gewonnen durch 2stündige Behandlung bei 90 bis 95°, vorgenommen. Die so erhaltenen Werte fallen erheblich niedriger als die nach dem anderen Verfahren erhaltenen aus. Auch auf diesem Wege ist, wenn auch nicht so häufig wie beim Sodaauszug, eine quantitative Auswertung mitunter bei gefärbten Proben nicht möglich, da diese

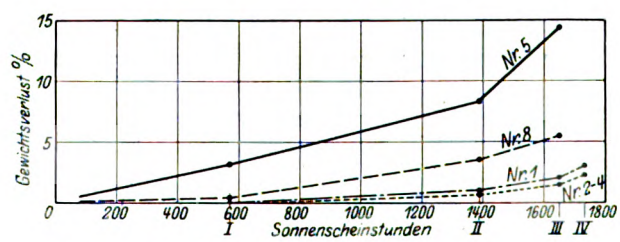


Abb. 5. Gewichtsabnahme bewetterter Wollstoffe (Nr. 1 bis 8).

bei fortgeschrittener Zerstörung Farbstoff an die Lösung abgeben, wodurch die Biuretreaktion verdeckt wird. Ein Mittel zur Ausschaltung des Farbstoffes, das nicht gleichzeitig auch die Stärke der Biuretreaktion verändert hätte, ließ sich bisher nicht ausfindig machen.

Einen Beleg für die auswaschende Wirkung des Regens gibt ein Vergleich mit den Werten, die an den

Digitized by Google

Tabelle 2. Gewichtsverlust und Biuretreaktion bewetterter Wollstoffe (Nr. 1 bis 8 und 51 bis 53).

Versuchsmaterial	Bewetterungsstufe	Reduziertes[1] Quadratmetergewicht bei 65% Luftfeuchtigkeit	Gewichtsverlust durch das Bewettern		Säuregehalt (berechnet als H_2SO_4)	Biuretreaktion[2]: in dest. Wasser lösliche Wollmenge
			auf ein reduz. Quadratmeter	%		
		g	g		%	%
1	0	503	—	—	0,03	0,45
	I	502,5	0,5	0,1	0,05	1,1
	II	498	5,0	1,0	0,07	1,7
	III	493	10,0	2,0	0,09	1,8
	IV	488	15,0	3,0	0,10	1,7
2	0	530	—	—	0,02	0,4
	I	528	2,0	0,4	0,05	1,4
	II	526	4,0	0,8	0,08	1,9
	IV	518,5	11,5	2,2	0,10	2,1
3	0	525	—	—	0,02	0,35
	I	523,5	1,5	0,3	0,07	1,35
	II	522	3,0	0,6	0,10	1,8
	III	518	7,0	1,3	0,12	1,95
	IV	512	13,0	2,5	0,13	1,9
4	0	507	—	—	0,02	0,5
	I	506	1,0	0,2	0,05	1,45
	II	503	4,0	0,8	0,07	1,9
	III	499	8,0	1,6	0,08	1,9
	IV	494,5	12,5	2,5	0,09	2,1
5	0	260	—	—	0,01	0,45
	I	252	8,0	3,1	0,10	3,1
	II	238,5	21,5	8,3	0,18	4,8
	III	222,5	37,5	14,4	0,24	4,0
6	III	217	43,0	16,6	0,26	5,5
7a	III	236	24,0	9,2	—	3,8
7b	III	240	20,0	7,7	0,60	3,6
8	0	260	—	—	0,05	0,6
	I	258	2,0	0,8	0,08	2,1
	II	251	9,0	3,5	0,10	3,0
	III	246	14,0	5,4	0,11	2,8

9 Monate unter 10 mm dickem Glas bzw. im Freien, jedoch vor Nässe geschützt, belichteten Proben des Stoffes Nr. 5 ermittelt wurden:

	Säuregehalt % (als H_2SO_4 berechnet)		Biuretreaktion % (im wässerigen Auszug bei 90/95° lösliche Wollsubstanz)	
	unter Glas	im Freien	unter Glas	im Freien
rohweißer Melton Nr. 5	0,23	0,90	5,0	8,9
derselbe, chromiert .	0,18	0,50	2,5	5,1

Die Werte sind erheblich größer als bei den entsprechenden bewetterten Proben (Tabelle 2); zugleich findet sich hier eine Bestätigung, daß auch Strahlen über 3500 AE auf Wolle zerstörend einwirken, wenn auch nicht so intensiv wie die kurzwelligen. Durch Belichten mit den ultravioletten Strahlen einer Quecksilberdampflampe tritt ebenfalls schon nach kurzer Zeit nachweisbare Schädigung ein, so wurde z. B. bei einem Versuch mit Stoff Nr. 5 gefunden:

[1] Die in üblicher Weise ermittelten Quadratmetergewichte sind nach Maßgabe der bei der Bewetterung eingetretenen Schrumpfung auf den ursprünglichen Zustand reduziert.

[2] Die Zahlen geben an, wieviel Wollsubstanz bei zweistündiger Behandlung mit destilliertem Wasser bei 90 bis 95° in 20facher Flottenmenge in Lösung geht.

Belichtungsstunden	Zugfestigkeit kg (30 mm breite Stufen)	Säuregehalt %	Biuretreaktion % (Sodaauszug b. 50°
0	12,62 (100)	0,01	1,2
1	12,57 (99,5)	0,08	1,4
3	12,52 (99)	0,12	1,8
6	12,27 (97)	0,17	2,5
12	12,07 (95,5)	0,22	4,2

Es wurde auch versucht, den Grad der eingetretenen Schädigung indirekt, durch Ermittlung des restlichen Schwefelgehalts der noch intakt gebliebenen Wolle zu bestimmen. Eine gewogene, zur Entfernung der beim Bewettern entstandenen Abbauprodukte mit 1proz. Sodalösung bei 50° vorbehandelte Probe wurde auf dem Wasserbade in nNaOH in Lösung gebracht, von der auf 100 ccm eingestellten Lösung 5 ccm unter Zusatz von 15 ccm n-NaOH mit 1 ccm 5proz. Bleiazetatlösung versetzt und die intensivbraune Färbung mit solcher in gleicher Weise hergestellten der betr. gesunden Wolle kolorimetrisch verglichen. So wurde z. B. für die Probe Nr. 5 ermittelt, daß nach einer Bewetterungsdauer von einem Vierteljahr etwa 95%, von einem halben Jahr etwa 70% und von dreiviertel Jahr noch etwa 50% intakte Wolle vorhanden waren, also merklich mehr, als man aus den ermittelten Festigkeitswerten schließen könnte, was offenbar auf die schützende Wirkung der gegenseitigen teilweisen Abdeckung der sich kreuzenden Kett- und Schußfäden zurückzuführen ist. Dieses Verfahren wurde jedoch nicht weiter verfolgt, da es sich als ziemlich roh und die Haltbarkeit der Färbung in der Lösung als rasch veränderlich erwies. Nach den bisher gemachten Erfahrungen dürfte die Festigkeitsbestimmung der sicherste Gradmesser für die praktische Auswirkung der eingetretenen Bewetterungsschäden sein.

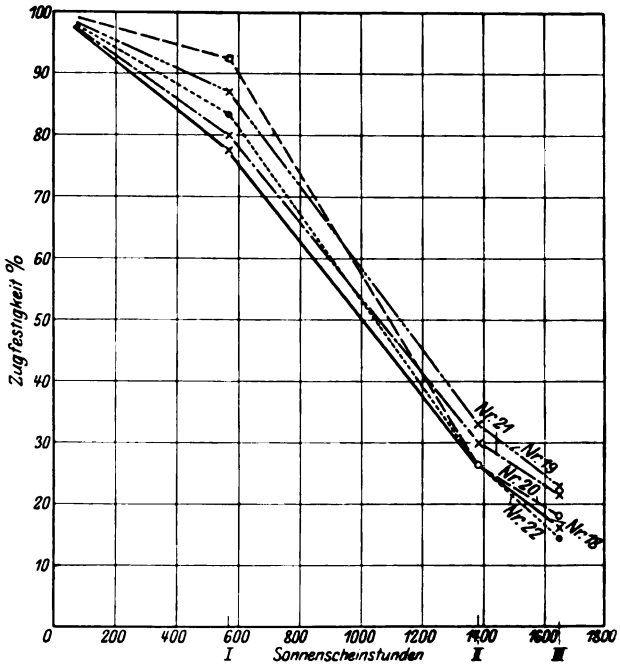


Abb. 6. Festigkeitsabnahme bewetterter Wollstoffe (Nr. 18 bis 22); Einfluß saurer und alkalischer Vorbehandlung.

b) Um den Einfluß von saurer und alkalischer Vorbehandlung kennen zu lernen, wurde ein rohweißer Melton (Nr. 18) einerseits im Ursprungszustand, andererseits nach praktischen Verhältnissen beim Waschen und

Digitized by Google

Tabelle 3. Festigkeitseigenschaften bewetterter Wollstoffe (Nr. 18 bis 26).

	Versuchs-Nr.[1]	Versuchsmaterial	Gewebefestigkeit in der Kettrichtung[2]							
			Ursprungszustand $l \pm \%$[3]	Zugfestigkeit kg				Bruchdehnung %			
				Bewetterungsstufe				Bewetterungsstufe			
				0	I	II	III	0	I	II	III
Einfluß der Vorbehandlung mit Säuren und Alkalien	18	Reinwollener Melton, rohweiß, 0,7% Fett; Köper $^2/_2$, Kette und Schuß gezwirnt; 1 qm = 320 g, R = 2,60 km	0,84	24,94 (100)	19,93 (77,5)	6,63 (26,5)	4,03 (16)	39,3 (100)	30,5 (77,5)	12,0 (30,5)	10,3 (26)
	19	derselbe, mit 4% Schwefelsäure in 20facher Flottenmenge 2 Std. bei 90 bis 95° behandelt, säurefrei gewaschen	1,06	22,06 (100)	19,23 (87)	7,25 (33)	4,96 (22,5)	39,3 (100)	33,0 (84)	16,5 (42)	12,0 (30,5)
	20	derselbe, mit 5% Mars. Seife und 5% kalz. Soda in 20facher Flottengmenge 1 Std. bei 50° behandelt, alkalifrei gewaschen	0,57	22,36 (100)	20,65 (92,5)	5,83 (26)	3,98 (18)	41,2 (100)	31,5 (76,5)	15,0 (36,5)	11,0 (26,5)
	21	derselbe, vorbehandelt wie Nr. 20, nachbehandelt wie Nr. 19	0,47	22,62 (100)	18,13 (80)	6,75 (30)	4,86 (21,5)	41,4 (100)	30,5 (74)	13,0 (31,5)	10,5 (25,5)
	22	derselbe, vorbehandelt wie Nr. 19, nachbehandelt wie Nr. 20	0,37	20,50 (100)	17,11 (83,5)	5,48 (26,5)	3,01 (14,5)	38,8 (100)	30,0 (77)	15,0 (38,5)	10,5 (27)
Einfluß der Färbung	23	derselbe, Indigoausfärbung, Ammoniak-Hydrosulfitküpe (Küpenfarbstoff)	0,59	24,18 (100)	20,58 (85)	11,23 (46,5)	9,87 (41)	40,0 (100)	32,5 (81)	21,5 (54)	16,0 (40)
	24	derselbe, mit $1^1/_4$% Chromkali und $1^1/_2$% Ameisensäure vorgebeizt und mit 2% Anthrazenchromblau F und 3% Essigsäure ausgefärbt (Beizenfarbstoff auf Chromsud)	1,29	23,81 (100)	23,53 (99)	16,46 (69)	15,65 (65,5)	38,4 (100)	38,0 (99)	25,5 (66,5)	23,0 (60)
	25	derselbe, mit 2% Anthrazenblau SWGG extra, 4% Schwefelsäure und 10% Glaubersalz ausgefärbt (Säurefarbstoff)	0,84	25,31 (100)	22,13 (87,5)	11,08 (44)	8,96 (35,5)	39,8 (100)	33,0 (83)	18,0 (45,5)	14,3 (36)
	26 a	derselbe, mit $3^1/_2$% Diaminblau RW und 20% Glaubersalz ausgefärbt (Salzfarbstoff)	0,67	24,13 (100)	18,76 (78)	7,75 (32)	—	40,0 (100)	27,5 (69)	16,0 (40)	—
	26 b	derselbe, ausgefärbt wie Nr. 26a, mit 3% Kupfersulfat nachbehandelt (Salzfarbstoff, nachgekupfert)	—	—	—	13,01 (54)	—	—	—	20,5 (51)	—

Färben entsprechenden Vorbehandlungen mit Schwefelsäure (Nr. 19) und Seife-Soda (Nr. 20) sowie in Kombination beider Behandlungen (Nr. 21, 22) in gleicher Weise bewettert. Der sichtbare Wollschwund trat bei diesen Proben noch etwas rascher ein, als bei der früher beschriebenen Meltonprobe Nr. 5, auch in diesem Falle war, wie überhaupt bei allen Wollstoffen, die Bildung des leimartigen Überzuges zu beobachten; ein Unterschied im Aussehen der bewetterten Proben Nr. 18 bis 22 war nicht zu erkennen. Dagegen ergibt ein Vergleich der Ergebnisse der Festigkeitsprüfung (Tabelle 3, Abb. 6), daß die Säurebehandlung (Nr. 19) den Zerfall in geringem Maße zurückhält, auch wenn eine alkalische Behandlung vorangegangen ist (Nr. 21). Die alkalische Vorbehandlung (Nr. 20) scheint anfangs einen ähnlichen Einfluß auszuüben, zeitigt aber dafür bei längerer Bewetterung einen um so schnelleren Abfall; ebenso hebt sie, wie zu erwarten, den günstigen Einfluß einer vorangegangenen Säurebehandlung (Nr. 22) wieder auf. Dies ist besonders deutlich zu erkennen, wenn man nicht die Verhältniszahlen, sondern die ermittelten Festigkeitswerte direkt miteinander vergleicht. Auch die beim Bewettern eingetretenen Gewichtsverluste (Tabelle 4) weisen auf die zurückhaltende Wirkung der Säure- und die befördernde der alkalischen Behandlung hin, während die Biuretreaktion keine erkennbaren Unterschiede lieferte. In Übereinstimmung mit anderen bekannten Tatsachen gilt also auch für Bewetterungsschäden, daß alkalische Vorbehandlung die Wolle für zerstörende Einflüsse empfänglich macht.

[1] Versuchsort: Berlin-Dahlem.

[2] Wahrscheinlicher mittlerer Fehler des arithmetischen Mittels.

[3] Mittel aus mindestens je 3 Versuchen, nach Maßgabe des verfügbaren Materials. Freie Einspannlänge 100 mm. Streifenbreite der unbewetterten Proben Nr. 18 30 mm, die Streifen aller übrigen Proben wurden auf die entsprechende gleiche Fadenzahl gebracht. Geprüft wurde bei 65% Luftfeuchtigkeit und 19° Zimmerwärme. Die in Klammern angegebenen Verhältniszahlen beziehen sich auf den gleich 100 gesetzten Wert der betreffenden unbewetterten Probe.

Digitized by Google

Festigkeitsabfall und Gewichtsverlust sind bei den verschiedene Erzeugnisse darstellenden rohweißen Meltonproben Nr. 19 und ebenso bei Nr. 34 größer als bei der Probe Nr. 5; neben Herkunft, Sorte und Vorbehandlung der Wolle, die für ihre Lichtempfindlichkeit von Bedeutung sein dürften, ist dies auffallende Verhalten wohl darauf zurückzuführen, daß Probe Nr. 5 in der von Verunreinigungen viel freieren Atmosphäre von Neubabelsberg bewettert wurde, während die Versuche mit den erstgenannten Proben in Berlin-Dahlem ausgeführt wurden. Derselbe Einfluß des Belichtungsortes hat sich auch bei Seide und Pflanzenfasern gezeigt.

Tabelle 4. Gewichtsverlust und Biuretreaktion bewetterter Wollstoffe (Nr. 18 bis 26).

	Versuchs-Nr.	Bewetterungsstufe	Reduziertes[1] Quadratmetergewicht bei 65% Luftfeuchtigkeit	Gewichtsverlust[2] durch das Bewettern		Biuretreaktion:[3] in dest. Wasser lösliche Wollmenge
				auf ein reduz. Quadratmeter		
			g	g	%	%
Einfluß der Vorbehandlung mit Säuren und Alkalien	18	0	320,5	—	—	0,1
		I	303,5	17,0	5,3	3,0
		II	275	45,5	14,2	4,9
		III	266	54,5	17,0	4,8
	19	0	—	—	—	0,1
		I	301	19,5	6,1	3,2
		II	283	37,5	11,7	5,2
		III	270	50,5	15,8	5,1
	20	0	—	—	—	0,15
		I	297,5	23,0	7,2	3,2
		II	272	48,5	15,1	5,2
		III	259	61,5	19,2	5,1
	21	0	—	—	—	0,1
		I	299,5	21,0	6,5	3,2
		II	279	41,5	13,0	5,2
		III	269,5	51,0	15,9	5,1
	22	0	—	—	—	0,2
		I	296	24,5	7,6	3,2
		II	270,5	50,0	15,6	5,2
		III	254	66,5	20,7	5,1
Einfluß der Färbung	23	0	—	—	—	0,15
		I	311,5	9,0	2,8	1,4
		II	268,5	34,0	10,6	2,8
		III	281	39,5	12,3	2,5
	24	0	—	—	—	0,2
		I	316	4,5	1,4	0,5
		II	302,5	18,0	5,6	1,3
		III	299	21,5	6,7	1,4
	25	0	—	—	—	0,2
		I	309,5	11,0	3,4	1,2
		II	287	33,5	10,4	2,5
		III	281	39,5	12,3	2,4
	26a	0	—	—	—	0,15
		I	305,5	15,0	4,7	2,2
		II	275,5	45,0	14,0	3,5
	26b	II	290	30,5	9,5	2,4

[1] Die in üblicher Weise ermittelten Quadratmetergewichte sind nach Maßgabe der beim Bewettern eingetretenen Schrumpfung auf den Ursprungszustand reduziert worden.

[2] Die Werte beziehen sich auf das Gewicht der Ursprungsprobe Nr. 18.

[3] Die Zahlen geben an, wieviel Wollsubstanz bei zweistündiger Behandlung der Proben mit destilliertem Wasser bei 90 bis 95° in 20facher Flottenmenge in Lösung geht.

c) Einfluß verschiedener Färbeverfahren. Proben des gleichen Melton Nr. 18, mit Indigo, blauem Beizenfarbstoff auf Chromsud, Säure- und Salzfarbstoff in annähernd gleicher Tiefe ausgefärbt (Tabelle 3), ergaben untereinander merkliche Unterschiede bezüglich des Wollschwundes. Die wenig lichtechte Färbung mit dem Salzfarbstoff (Nr. 26a) war nach 4 Wochen vollständig verblaßt, der Wollschwund trat nur wenig später als bei der Rohprobe Nr. 18 ein. Erheblich günstiger verhielt sich dieselbe Färbung nachgekupfert (Nr. 26b), am besten jedoch die chromfarbene Probe (Nr. 24); doch auch bei dieser war nach halbjähriger Bewetterung der Wollflaum fast vollständig verlorengegangen. Festigkeitsverlust (Tabelle 3, Abb. 7), Biuretreaktion und

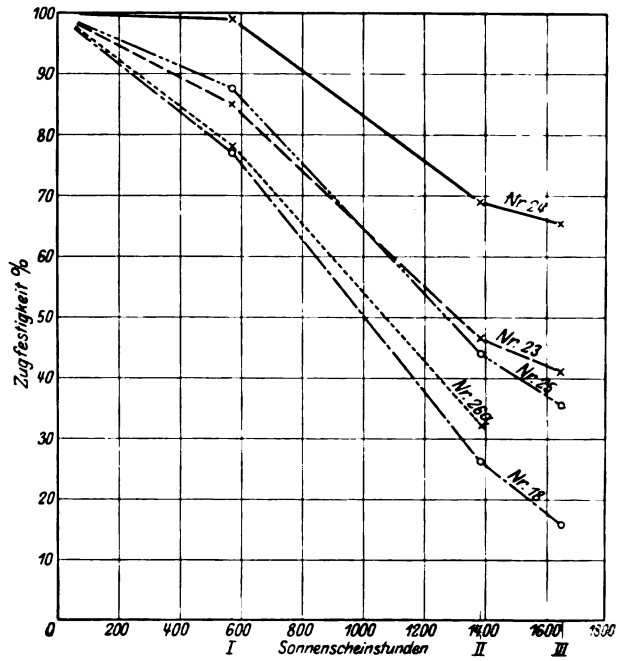


Abb. 7. Festigkeitsabnahme bewetterter Wollstoffe (Nr. 23 bis 26); Einfluß der Färbung.

Gewichtsverlust (Tabelle 4) stehen damit im Einklang; der Farbstoff als solcher übt, je nach seinem Absorptionsvermögen für die schädigenden Strahlen, einen merklichen Schutz aus, der jedoch durch die Schutzwirkung des Chromierens erheblich übertroffen wird. Die Probe Nr. 24 zeigt im wesentlichen das gleiche Verhalten wie der chromierte Melton Nr. 8; charakteristisch ist auch hier, daß im ersten Vierteljahr der Bewetterung praktisch so gut wie keine Festigkeitsabnahme eintritt. Auch die Kupfersulfatbehandlung ist ein, wenn auch nicht im gleichen Maße wie das Chromieren, wirksamer Lichtschutz. Für die Bewetterungsstufe II ergibt sich z. B. ein Lichtschutz für

Nr.	% der Ursprungsfestigkeit
23, Indigo	20
24, Anthrazenchromblau auf Chromsud	42,5 (bez. 5% f. d. Farbstoff)
25, Anthrazenblau SWGG extra	17,5
26a, Diaminblau RW	5,5
26b, dasselbe nachgekupfert . .	27,5

es beträgt demnach der durch die Kupfersulfatbehandlung ausgeübte Schutz 22% gegenüber 37,5% beim Chromieren. Ob die günstige Wirkung des Chroms und

Digitized by Google

des Kupfers nur darauf beruht, daß diese Mittel die schädigenden Strahlen absorbieren, oder ob sie zum Teil mit der Wollsubstanz in Verbindung getreten sind und in dieser Form an den Kittstellen der Schuppen den Eintritt von Feuchtigkeit verhindern, die doch offenbar eine reaktionsbeschleunigende Wirkung ausübt, ist nicht geklärt.

d) Einfluß der Farbtiefe. Offenbar hängt die Schutzwirkung der Farbstoffe auch von ihrer von der Wolle aufgenommenen Menge ab; denn sobald der Farb-

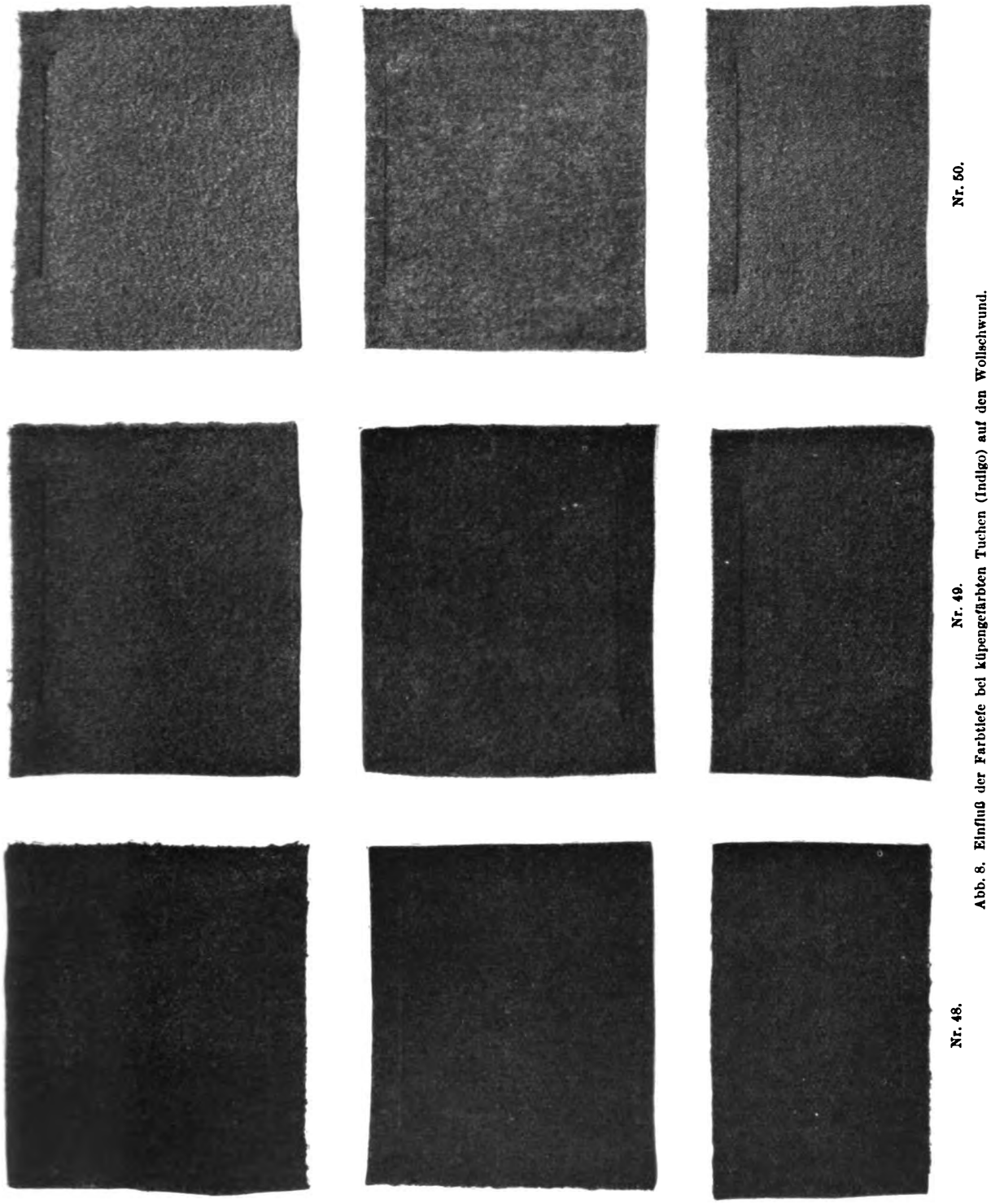


Abb. 8. Einfluß der Farbtiefe bei küpengefärbten Tuchen (Indigo) auf den Wollschwund.

Digitized by Google

stoff durch die Einwirkung des Lichts zerstört ist, kommt der schädigende Einfluß auf das Wollgewebe selbst zur

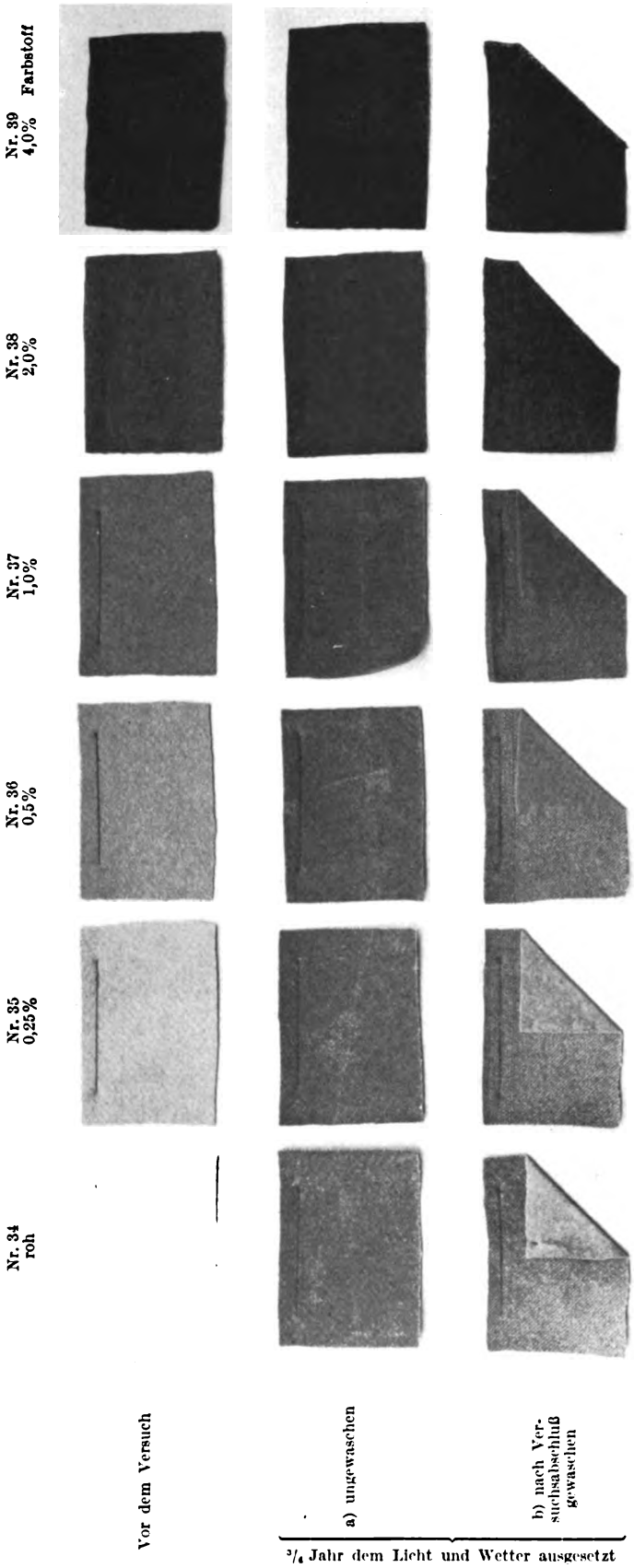


Abb. 9. Einfluß der Farbtiefe auf den Wollschwund bei gefärbtem Melton (Nr. 34 bis 39).

vollen Auswirkung, wie an Probe 26a zu erkennen. Je größer die Farbtiefe, desto größer der Lichtschutz. Dies fand sich durch Versuche mit indigogefärbten Tuchen bestätigt (Nr. 48 bis 50, Tabelle 5). Wollschwund Gewichts- und Festigkeitsverlust (Tabelle 5 und 6) sind an den heller eingefärbten Proben erheblich größer als an der Probe Nr. 48.

Als weitere Versuchsreihe dienten Ausfärbungen auf rohweißem Melton (Nr. 34, Tabelle 5) mit einem Säurefarbstoff. Die Ausfärbung wurde in geometrisch fortschreitender Reihe mit 0,25, 0,5, 1,0, 2,0 und 4,0%

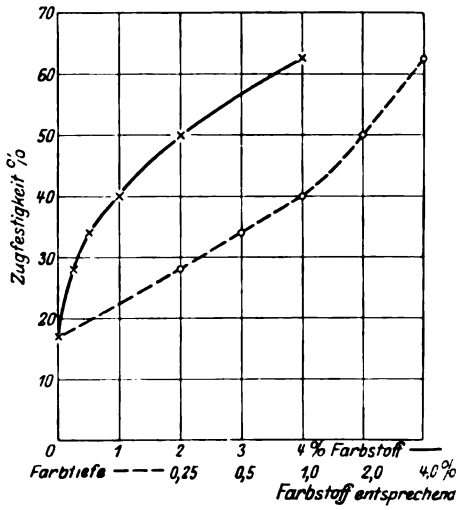


Abb. 10. Festigkeitsabnahme bewetterter gefärbter Wollstoffe (Nr. 34 bis 39). Abhängigkeit von der Farbtiefe.

Farbstoff vorgenommen, so daß die Farbtiefen der Proben, dem Weber-Fechnerschen Empfindungsgesetz entsprechend, dem Auge als gleichabständige Abstufungen erschienen. Die dreiviertel Jahr belichteten Proben weisen bei den dunklen Färbungen einen etwas geringeren Wollschwund als die helleren Färbungen auf (Abb. 9); vor allem ist

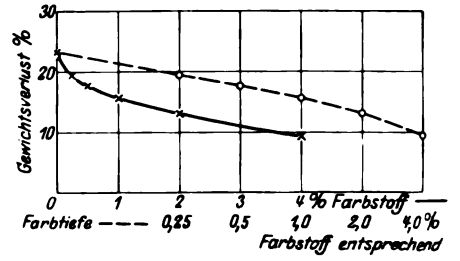


Abb. 11. Gewichtsverlust bewetterter gefärbter Wollstoffe (Nr. 34 bis 39). Abhängigkeit von der Farbtiefe.

jedoch mit zunehmender Farbtiefe eine erhebliche Abnahme des Festigkeits- (Tabelle 5) und Gewichtsverlustes (Tabelle 6) zu beobachten. Die Beziehungen zwischen Festigkeitsabnahme bzw. Gewichtsverlust und im Stoff enthaltener Farbstoffmenge lassen sich durch eine Kurve veranschaulichen (Abb. 10 und 11), die annähernd die Gestalt einer geraden Linie annimmt, wenn die Auftragung der Farbstoffmenge auf der Abszisse logarithmisch erfolgt, d. h. Gewichts- und Festigkeitsabnahme verlaufen nicht der aufgenommenen Farb-

Digitized by Google

Tabelle 5. Festigkeitseigenschaften bewetterter Wollstoffe (Nr. 34 bis 39 und 48 bis 50). Einfluß der Farbtiefe.

Versuchs-Nr.	Versuchsmaterial[1]	Tiefe der Ausfärbung	Quadratmetergew. bei 65% Luftfeuchtigkeit g	Anzahl der Fäden auf 10 cm		Gewebefestigkeit in der Kettrichtung[2]					
						Ursprungszustand		Zugfestigkeit kg Bruchdehnung% Bewetterungsstufe		Bewetterungsstufe	
				Kette	Schuß	Reißlänge km	± %[3]	0	III	0	III
48	Militärtuch Indigoausfärbung, Tuchbindung	tiefdunkel	491	168	148	1,42	1,08	20,99 (100)	20,45 (97,5)	37,0 (100)	40,3 (109)
49	Militärtuch Indigoausfärbung, Tuchbindung	mittel	466	162	142	1,55	1,02	21,74 (100)	20,11 (92,5)	33,5 (100)	35,3 (105)
50	Militärtuch Indigoausfärbung, Tuchbindung	hell	438	208	183	1,26	0,59	16,46 (100)	12,82 (78)	39,2 (100)	35,0 (89)
34	Reinwollener Melton, rohweiß, Köper $^2/_2$, Kette u. Schuß einfaches Garn	—	246,5	200	204	1,30	1,06	9,61 (100)	1,64 (17)	28,3 (100)	6,0 (21)
35	derselbe, ausgefärbt mit Anthrazenblau SWGG extra, 4% Schwefelsäure und 10% Glaubersalz in 20facher Flottenmenge	0,25%	—	—	—	—	1,54	9,00 (100)	2,51 (28)	36,0 (100)	11,5 (32)
36		0,5%	—	—	—	—	1,11	8,65 (100)	2,95 (34)	36,2 (100)	12,8 (35,5)
37		1,0	—	—	—	—	1,59	8,43 (100)	3,37 (40)	35,0 (100)	13,2 (37,5)
38		2,0%	—	—	—	—	1,84	8,90 (100)	4,47 (50)	33,5 (100)	18,3 (55)
39		4,0%	—	—	—	—	1,96	9,25 (100)	5,80 (62,5)	34,8 (100)	21,2 (61)

Tabelle 6. Gewichtsverlust und Biuretreaktion bewetterter Wollstoffe.

Versuchsmaterial	Tiefe der Ausfärbung	Versuchs-Nr.	Bewetterungsstufe	Reduziertes Quadratmetergewicht bei 64% Luftfeuchtigkeit[4] g	Gewichtsverlust durch das Bewettern[5] auf ein reduz. Quadratmeter g	Gewichtsverlust durch das Bewettern[5] %	Biuretreaktion: in dest. Wasser lösliche Wollmenge[6] %
Militärtuch Indigoausfärbung	tiefdunkel	48	0	491	—	—	—
			III	486	5,0	1,0	0,7
	mittel	49	0	466	—	—	—
			III	452	14,0	3,0	1,15
	hell	50	0	438	—	—	—
			III	415	23,0	5,2	1,8
Reinwollener Melton mit Säurefarbstoff ausgefärbt	rohweiß	34	0	246,5	—	—	0,1
			III	189	57,5	23,3	4,3
	0,25%	35	0	—	—	—	0,15
			III	198	48,5	19,6	3,8
	0,5%	36	0	—	—	—	0,15
			III	202,5	44,0	17,8	3,5
	1,0%	37	0	—	—	—	0,15
			III	207,5	39,0	15,8	2,85
	2,0%	38	0	—	—	—	0,2
			III	214	32,5	13,2	2,15
	4,0%	39	0	—	—	—	0,2
			III	223	23,5	9,5	1,5

[1] Versuchsort: Berlin-Dahlem.

[2] Wahrscheinlicher mittlerer Fehler des arithmetischen Mittels.

[3] Mittel aus mindestens je 3 Versuchen, nach Maßgabe des verfügbaren Materials. Freie Einspannlänge 100 mm. Streifenbreite der unbewetterten Proben Nr. 48 bis 50 und Nr. 34 30 mm, die Streifen der bewetterten Proben wurden auf die entsprechende gleiche Fadenzahl gebracht; sämtliche Streifen der Proben Nr. 35 bis 39 wurden nach der Fadenzahl der unbewetterten Probe Nr. 34 bemessen. Geprüft wurde bei 65% Luftfeuchtigkeit und 19° Zimmerwärme. Die in Klammern angegebenen Verhältniszahlen beziehen sich auf den gleich 100 gesetzten Wert der betreffenden unbewetterten Probe.

[4] Die in üblicher Weise ermittelten Quadratmetergewichte sind nach Maßgabe der bei der Bewetterung eingetretenen Schrumpfung auf den ursprünglichen Zustand reduziert worden.

[5] Die Werte der Proben Nr. 34 bis 39 sind auf das Gewicht der Ursprungsprobe Nr. 34 bezogen.

[6] Die Zahlen geben an, wieviel Wollsubstanz bei zweistündiger Behandlung mit destilliertem Wasser bei 90 bis 95° in 20facher Flottenmenge in Lösung geht.

[7] Becke: Lehne's Färber-Ztg. 1912, S. 45, 66.

stoffmenge, sondern der Farbtiefe annähernd proportional. Auch für die Biuretreaktion ergibt sich ein ähnliches Verhalten (Tabelle 6).

Einen praktisch wirksamen Lichtschutz weisen nach diesen Versuchen nur die dunkelsten Färbungen auf.

Außer den bisher besprochenen Nachweisen gibt es ferner noch eine ganze Reihe Erkennungsmerkmale für die durch Bewetterung eingetretene Schädigung der Wolle. Bewetterte Wollproben lösen sich viel leichter in Natronlauge als unbewetterte; sie geben, sofern es sich um weiße Wollstoffe handelt, auf der belichteten Seite in einer dem Zerstörungsgrade entsprechenden Stärke die Beckesche Zinnsalzreaktion[7] und färben sich mit gewissen Farbstoffen tiefer an als gesunde Wolle, worauf schon v. Bergen hingewiesen hat. Diese Ausfärbungen brauchen durchaus nicht einmal nach der für den einzelnen Fall geltenden Färbevorschrift ausgeführt zu werden; ich habe lediglich durch 10 Min. langes Einlegen der Proben in die 0,1 proz. kalte Farblösung und nachheriges gründliches Spülen sehr kräftige Farbtiefenunterschiede bekommen, die sich nach der

Digitized by Google

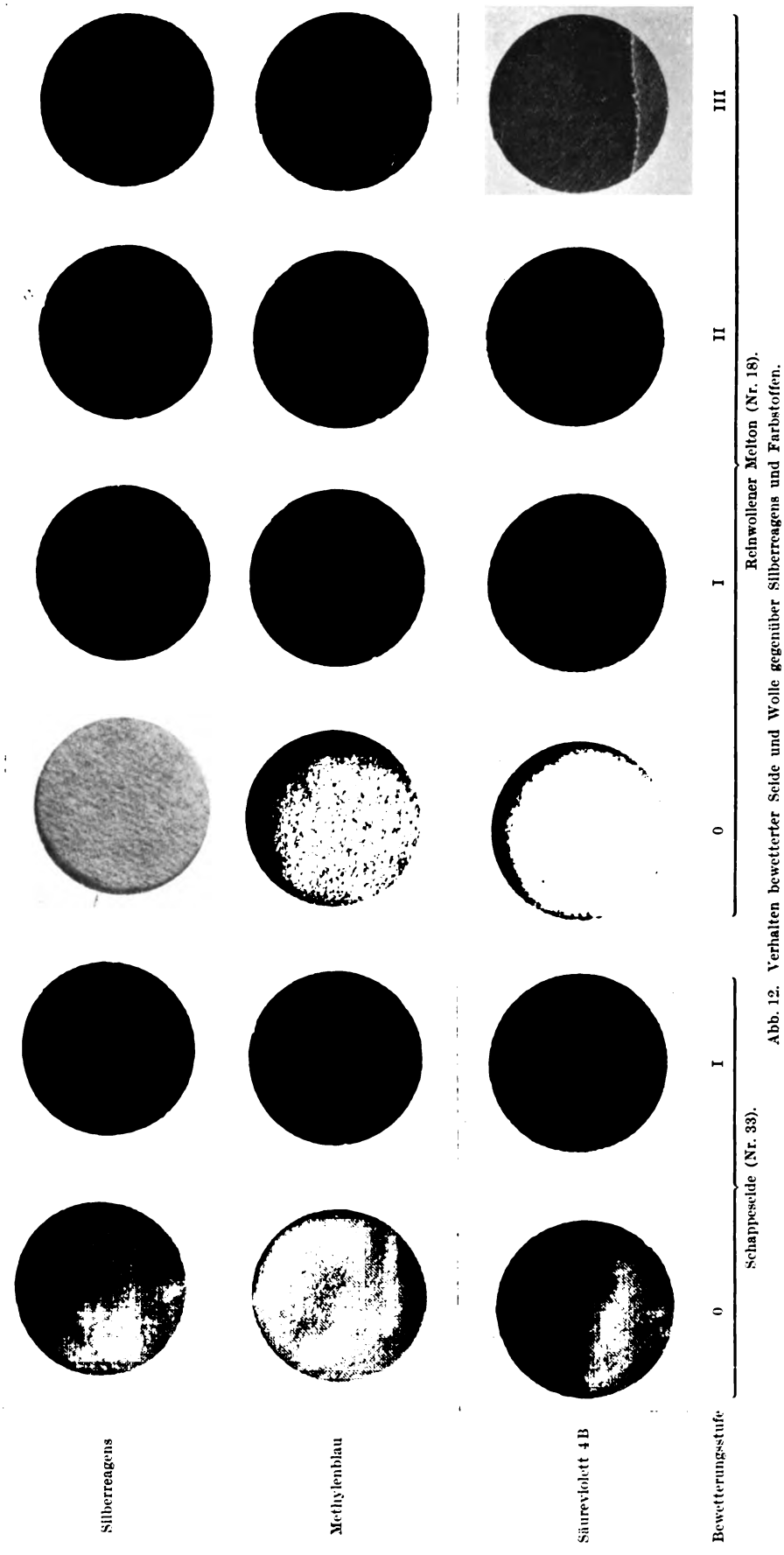


Abb. 12. Verhalten bewetterter Seide und Wolle gegenüber Silberreagens und Farbstoffen.

Bewetterungsdauer abstuften. Abb. 12 gibt einige derartige Ausfärbungen wieder, wobei naturgemäß auf der viel weniger als das Auge farbenempfindlichen Platte die Unterschiede etwas abgeschwächt erscheinen. Die Rückseiten der Proben sind nicht merklich stärker angefärbt als der unbelichtete Wollstoff. Geeignet für diesen Zweck sind u. a. Methylenblau, Diamantfuchsin, Kristallviolett, Säureviolett 4 B. Als ein besonders empfindliches Reagens hat sich nach meinen Versuchen Silbernitrat erwiesen. Die Lösung kann in der Form verwendet werden, wie sie Goetze[1] für die Bestimmung von Oxyzellulose in Kunstseide angegeben hat, 1 g Silbernitrat auf 1 l dest. Wasser unter Zusatz von 7 g Natriumazetat. Bewetterte Proben, 10 Min. bei 60 bis 70° mit diesem Reagens behandelt, werden auf der belichteten Seite je nach der Größe der eingetretenen Schädigung hellbraun bis schwarz. Viel empfindlicher, geringste Schädigung schon in der Kälte anzeigend, ist die Reaktion, wenn man sie mit einer ammoniakalischen Silbernitratlösung vornimmt, die man aus einer etwa 5 bis 10proz. Silbernitratlösung durch tropfenweise Zugabe von so viel konzentriertem Ammoniak herstellt, daß sich der entstehende braune Niederschlag gerade wieder löst. Die Reaktion dürfte auf der Bildung von Schwefelsilber beruhen, anscheinend üben aber auch zum Teil die Abbauprodukte der Wolle eine reduzierende Wirkung aus. Diese Reaktion dürfte sich gegebenenfalls durch Bestimmung des als Schwefelsilber abgeschiedenen bzw. reduzierten Silbers auch quantitativ ausgestalten lassen.

Da diese Reaktionen nur auf der dem Lichte zugewandten Seite der bewetterten Proben eintreten, geht eindeutig hervor, daß die primäre Ursache für die Zerstörung Lichtstrahlen sind. Man kann dies besonders deutlich auch erkennen, wenn man z. B. aus einem bewetterten Wollstoff einen Kett- oder Schußfaden herauszieht und mit Silberreagens behandelt; die Schwärzung ist nur an den dem Licht direkt ausgesetzt gewesenen

[1] Goetze: Z. angew. Chem. 1926, S. 343.

Digitized by Google

Stellen zu sehen, nicht aber auf den durch die kreuzenden Fäden abgedeckten Stellen. Das Gleiche zeigt sich auch bei einer mikroskopischen Prüfung, bei der das Silberreagens oder die Anfärbung mit den genannten treffenden Farblösung direkt auf dem Objektträger erfolgen, nach 1 Min. währender Einwirkung und kurzem Abspülen kann wie gewöhnlich präpariert werden. Inwieweit sich Silberreagens und Farbreaktionen auch

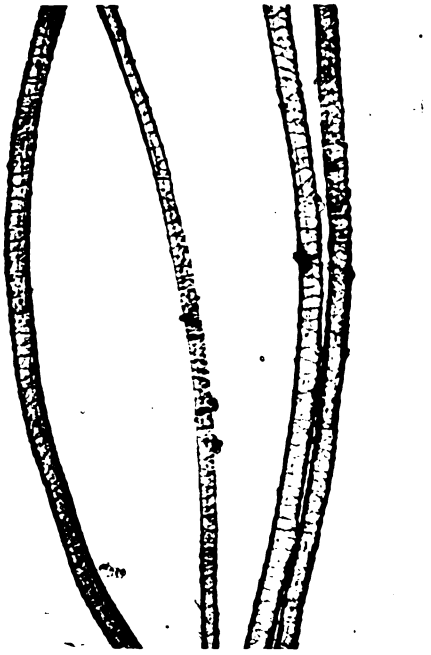


Abb. 13. Unbewetterte Wollhaare, mit Silberreagens behandelt.

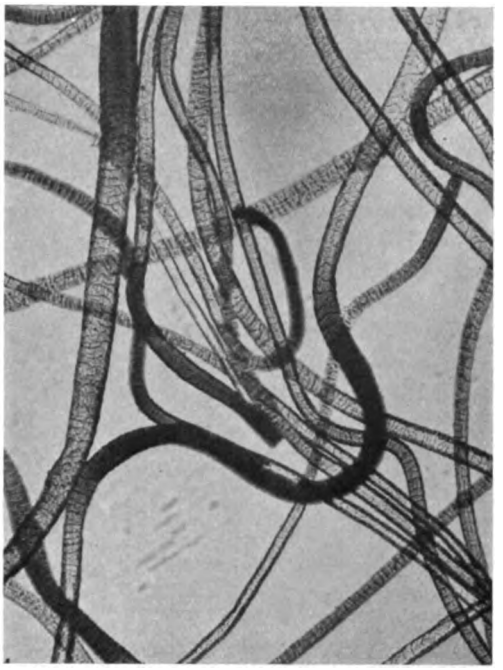


Abb. 14. Wollhaare nach vierteljähriger Bewetterung, mit Silberreagens behandelt. Nur die vom Licht direkt getroffenen und geschädigten Haarstellen weisen Schwärzung auf.

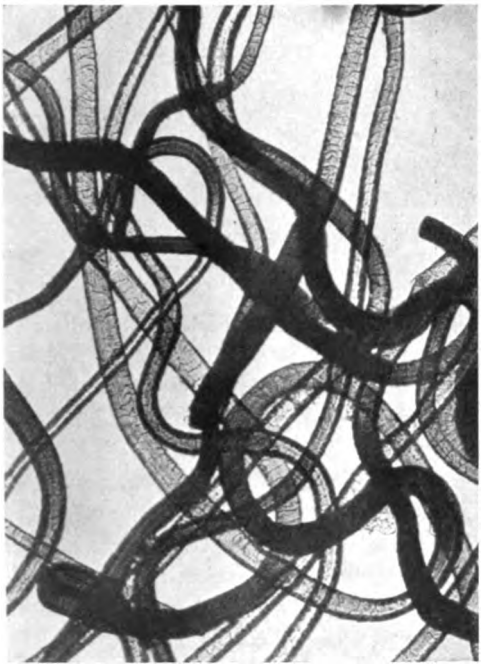


Abb. 15. Wollhaare nach halbjähriger Bewetterung, mit Silberreagens behandelt. Nur die vom Licht direkt getroffenen und geschädigten Haarstellen weisen Schwärzung auf.

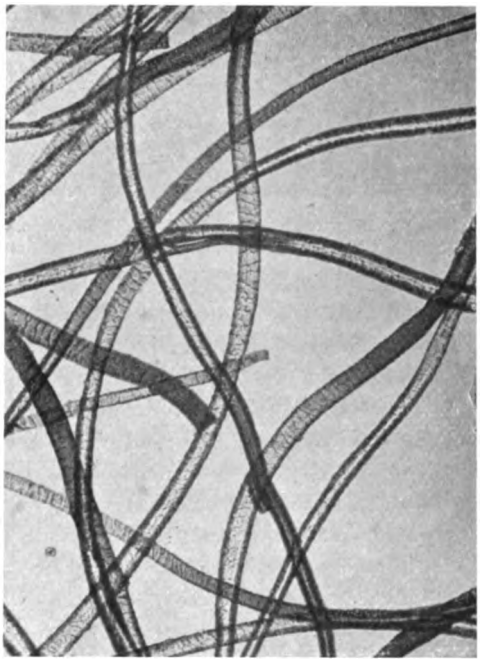


Abb. 16. Wollhaare nach halbjähriger Bewetterung, mit Diamantfuchsin ausgefärbt. Die durch Licht geschädigten Haarstellen färben sich tiefer an.

Farbstoffen als ein empfindlicher, schon geringste Lichtschäden anzeigender mikrochemischer Nachweis angewendet werden kann (Abb. 13 bis 16), da an den belichteten Haaren ohne diese Hilfsmittel eine merkliche Veränderung in der mikroskopischen Struktur zunächst nicht zu erkennen ist. Die Anfärbung der zu untersuchenden Wollhaare kann durch einen Tropfen der bezum Nachweis von chemischer Schädigung anderer Art bei Wolle eignen, ist zurzeit noch Gegenstand weiterer Untersuchungen; nach den bisherigen Versuchen scheint das Färbeverfahren auch für diesen Zweck brauchbar zu sein.

Die bewetterten Haare weisen eine erhebliche Sprödigkeit auf, so daß sie schon bei der verhältnismäßig

Digitized by Google

geringen Beanspruchung beim Präparieren auf dem Objektträger leicht brechen. Die eingetretene Schädigung ist ferner unter dem Mikroskop durch das stärkere Speicherungsvermögen von Jod an den belichteten Stellen zu erkennen und an dem Ausbleiben der sog. Allwördenschen Reaktion[1] mit Chlorwasser. Auch die vom Kaiser-Wilhelm-Institut für Faserstoffchemie zur mikroskopischen Qualitätsprüfung der Wolle besonders empfohlene Diazoreaktion nach Pauly[2] mit Diazobenzolsulfosäure in 10proz. wäßriger Sodalösung, die auf der Gegenwart von beim Abbau des Keratins der Faserschicht entstandenem Tyrosin beruht, zeigt sehr empfindlich die Schädigung durch starke Rötung an; die Sodalösung bewirkt gleichzeitig eine erhebliche Quellung

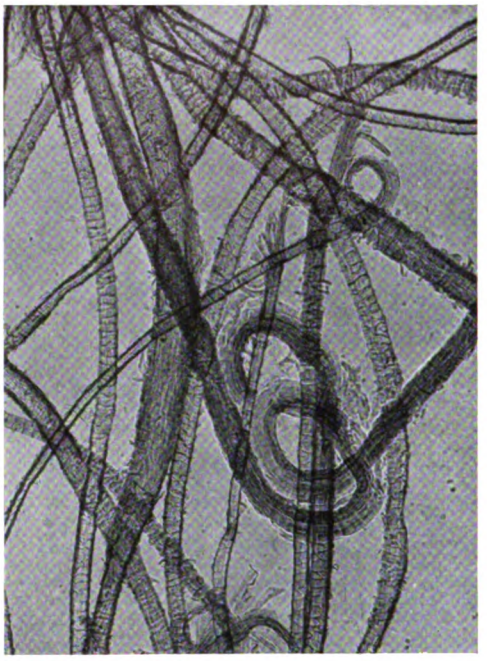


Abb. 17. Diazoreaktion an bewetterten Wollhaaren.

der stärker geschädigten Stellen (Abb. 17). Solche Quellungen treten auch mit 80proz. Schwefelsäure und besonders schön, wie v. Bergen gezeigt hat, mit $^{n}/_{10}$-Natronlauge ein. Durch das Alkali wird die durch Bewetterung veränderte Bindesubstanz der Fibrillen gelöst, und die bei nicht zu sehr fortgeschrittener Bewetterung vorhandene geringe Tiefenwirkung der schädigenden Strahlen ist daran kenntlich, daß die Quellung nur an der dem Licht zugewandten Haarseite auftritt und die infolgedessen entstehenden Spannungsunterschiede zu einem Ringeln des Haares führen (Abb. 18). Die Quellungs- und Ringelungserscheinungen gehen so rasch vor sich, daß zu ihrer genauen Verfolgung die Zugabe der Natronlauge erst unter dem Mikroskop erfolgen muß. Auch die Angabe v. Bergens, daß die dieser Art gequollenen Haarzellen im Polarisationsmikroskop keine Doppelbrechung mehr zeigen, fand sich bestätigt. Mit Hilfe dieser mikrochemischen Reaktion konnte an einem im Felde abgetragenen feldgrauen Militärrock nachgewiesen werden, daß dessen Verschleiß an den vor Licht geschützten Stellen lediglich auf mechanische Ursachen (Abscheuern) und an den dem Licht ausgesetzten, aber für mechanische Abscheuerung weniger in Frage kommenden Stellen zu einem Teil auf Lichtwirkung zurückzuführen war.

Die genannten mikrochemischen Reaktionen treten ebenso auch bei Wollhaaren ein, die mit einer Quecksilberdampflampe bestrahlt worden sind. Zu erwähnen ist noch, daß sich die bewetterten Proben im Licht der Analysenquarzlampe, das vermöge eines Ultraviolettfilters nur unsichtbare ultraviolette Strahlen enthält, anders als normale Wollproben verhalten. Während weiße unbewetterte Wollstoffe ein weißes Leuchten aufweisen, hat dieses schon bei den ein Vierteljahr bewetterten Proben einem stumpfen Grau Platz gemacht; mit der Quecksilberdampflampe bestrahlte Wollstoffe weisen dagegen eine kräftig gelbe Färbung auf, so daß auch hieraus geschlossen werden darf, daß beim Bewettern die Feuchtigkeit eine gewisse Rolle beim Zerstörungsprozeß spielt.

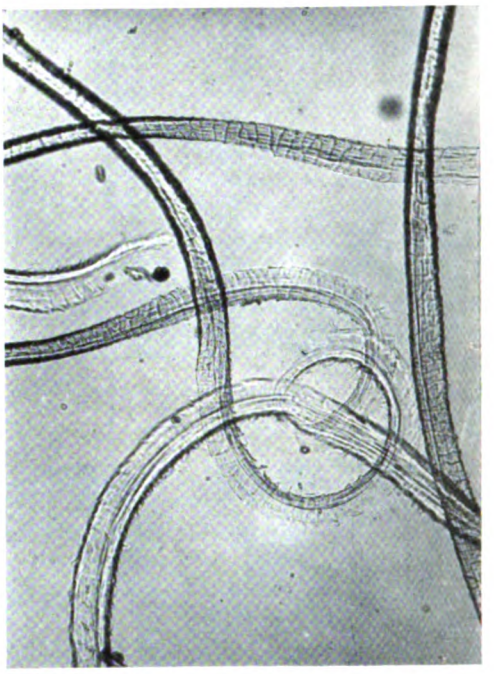


Abb. 18. Bewetterte Wollhaare in $^{n}/_{10}$ NaOH.

Die an den bewetterten Wollstoffen gemachten Beobachtungen können kurz wie folgt zusammengefaßt werden:

1. Bei allen Wollstoffen tritt nach längerem Bewettern eine durch Wollschwund, Gewichts- und Festigkeitsabnahme sowie das Auftreten von Abbauprodukten der Wollsubstanz kenntliche Zerstörung ein.

2. Die Zerstörung verläuft annähernd proportional der Zahl der einwirkenden Sonnenscheinstunden und wird durch die kurzwelligen Strahlen des Sonnenlichts hervorgerufen, wobei offenbar die Gegenwart von Feuchtigkeit reaktionsbeschleunigend wirkt. Strahlen über 3500 AE wirken in weit geringerem Grade zerstörend. Die Beschaffenheit der Atmosphäre am Belichtungsort ist von Einfluß.

3. Der geringen Tiefenwirkung der kurzwelligen Strahlen entsprechend ist der Grad der Zerstörung von der Dicke und Dichte (Porosität) des Stoffes abhängig.

[1] v. Allwörden, Z. angew. Chem. 1916, S. 77.

[2] Pauly und Binz, Ztschr. f. Farben- u. Textilind. 1904, S. 373.

Digitized by Google

4. Vorbehandlung der Wolle mit Säure verzögert etwas den Eintritt der Zerstörung, alkalische Vorbehandlung fördert sie.

5. Fett gewährt einen geringen, Färbungen je nach Art des Farbstoffs einen mehr oder weniger merklichen Lichtschutz, welcher der Farbtiefe annähernd proportional ist. Kupfersulfatbehandlung und vor allem das Chromieren üben einen besonders wirksamen Schutz aus.

Die Kerteszschen Beobachtungen über den Wollschwund und über den günstigen Einfluß des Chromierens finden sich damit bestätigt. Wenn auch eine verhältnismäßig lange Bewetterungsdauer erforderlich ist, um erhebliche, den Gebrauchswert stark herabsetzende Zerstörungen der Wollstoffe herbeizuführen, so darf doch nicht verkannt werden, daß die schon nach kurzer Belichtungszeit eintretende Sprödigkeit der Wollhaare eine der mittelbaren Ursachen für den Wollschwund ist und im praktischen Gebrauch den mechanischen Verschleiß von Kleidungsstücken in außerordentlichem Maße begünstigen dürfte. Aufgabe weiterer Versuche müßte daher u. a. die systematische Aufsuchung der günstigsten Lichtschutzmittel für Wolle sein, auch die Frage der besseren Tragfähigkeit der küpen- oder chromgefärbten Tuche bedarf — trotz der zunächst für die Chromierung sprechenden bisherigen Versuchsergebnisse — zweckmäßig nochmals einer auf breiterer Basis aufgebauten Nachprüfung. Es wäre zu begrüßen, wenn die daran interessierten Erzeuger- und Verbraucherkreise sich zu gemeinsamer Arbeit an diesen Fragen mit dem Materialprüfungsamt zusammenfinden würden.

II. Seidenstoffe.

Auf die besondere Lichtempfindlichkeit der Seide, insbesondere der mineralisch erschwerten, und auf die schützende Wirkung der Katechugerbsäure hat seinerzeit Ristenpart[1] hingewiesen. Nach Bewetterungsversuchen von Turner[2] büßt Seide nach 100tägiger Belichtung 95% ihrer ursprünglichen Festigkeit ein. Die außerordentliche Lichtempfindlichkeit der Seide wird auch von Entat[3] bestätigt, nach dessen Versuchen die Zerstörung der Seidensubstanz nur auf die Strahlen unter 3130 AE zurückzuführen ist, ferner durch die im Materialprüfungsamt von Heermann und Sommer[4] mit ultravioletten Strahlen ausgeführten Untersuchungen, die auch den besonders wirksamen Lichtschutz des Blauholzes bzw. der Katechugerbsäure bei Monopolschwarz gefärbter Seide ergeben hat. Die vorbeugende Wirkung verschiedener bekannter Lichtschutzmittel für Seide, von denen Tannin und Katechu besonders wirksam sind, ist auch durch Homolka[5] untersucht worden; nach einer Bewetterung von 180 Sonnenscheinstunden (Juni—Juli) betrug der Festigkeitsverlust bei Rohseide 22%, bei katechubehandelter 11%.

Für die hier zu besprechenden Bewetterungsversuche wurde neben einem rohseidenen Taft ein rohweißes schappeseidenes Gewebe verwendet, von dem ein Teil eine mineralische, ein anderer Teil eine vegetabilische Erschwerung erhielt (Tabelle 7). Entsprechend der außerordentlich großen Lichtempfindlichkeit der Seide war die Festigkeit sämtlicher Proben schon nach $^1/_4$-jähriger Bewetterung auf den 10. Teil und darunter zurückgegangen; nach weiter fortgesetzter Belichtung waren die Proben derart morsch geworden, daß die Festigkeitsprüfung kaum noch ausgeführt werden konnte. Die atmosphärischen Unterschiede der beiden Belichtungsorte scheinen von Einfluß zu sein, wie die Probe Nr. 15 zeigt, die sich in der reineren Atmosphäre von Neubabelsberg günstiger als Nr. 33 in Berlin-Dahlem verhalten hat; es ist jedoch nicht ausgeschlossen, daß auch der vom Avivieren herrührende Säuregehalt der Probe Nr. 33 den Abbau begünstigt hat. Eigentümlicherweise hat sich nicht nur die vegetabilisch erschwerte Probe Nr. 17, sondern auch die mineralisch erschwerte als etwas widerstandsfähiger erwiesen. Vermutlich spielt hier die geringe Tiefenwirkung der schädigenden Strahlen eine Rolle, da beim Erschweren eine merkliche Schrumpfung und Dickenzunahme eingetreten ist; die Dicke der Proben betrug:

bei Nr. 14 = 0,14 mm
„ Nr. 33 = 0,14 mm
„ Nr. 15 = 0,175 mm
„ Nr. 16 = 0.27 mm (nach dem Bewettern 0,24 mm)
„ Nr. 17 = 0,20 mm.

Im Aussehen der Proben waren durch die Bewetterung keine besonders auffälligen Unterschiede, außer einem leichten Grauwerden, eingetreten. Nur die mineralisch erschwerte Probe, die ein stumpfes Aussehen hatte, war auf der belichteten Seite deutlich glänzend geworden. Vermutlich sind auch hier, ähnlich wie bei den Wollproben, Abbauprodukte durch den Regen in Lösung gebracht worden; das dürfte auch für die anderen Proben zutreffen, nur ist hier diese Erscheinung gegenüber dem schon vorher vorhandenen Glanz äußerlich nicht zu erkennen. Dafür spricht, neben der Dickenabnahme der Probe Nr. 16, auch der bei sämtlichen Proben beobachtete Gewichtsverlust (Tabelle 8); bei den erschwerten Proben müssen hierbei wohl auch Teile der Erschwerung, die mit der Zerstörung eines Teiles der Seidensubstanz frei geworden sind, mit herausgewaschen worden sein. Der eingetretene Abbau der Seidensubstanz ist an einer sauren Reaktion, offenbar von den hierbei entstandenen Aminosäuren herrührend, sowie an der leichten Löslichkeit der Abbauprodukte in verdünnten Alkalien kenntlich und durch die Biuretreaktion (Tabelle 8) nachweisbar. Da das Seidenmolekül keinen Schwefel enthält, der wie bei Wolle in sulfidisch gebundener Form die Biuretreaktion stören könnte, kann diese bequem an dem Auszug mit 1proz. Sodalösung vorgenommen werden. Als Vergleichslösung ist hierbei die Lösung der unbelichteten Seide in Salzsäure günstiger als eine solche in Natronlauge, da der im ersteren Falle auftretende, etwas rötlichere Farbton der Biuretreaktion besser demjenigen bei den in Lösung gegangenen Abbauprodukten entspricht.

Auch bei Seide ist die beim Bewettern eingetretene Zerstörung in erster Linie dem Licht zuzuschreiben; da-

[1] Ristenpart: Z. angew. Chem. 1909, S. 18.
[2] Turner: J. Soc. Dyers and Col. 1920, S. 165.
[3] Entat: Rev. gén. mat. color. 1920, S. 149.
[4] Heermann und Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 5/6.
[5] Homolka: Melliand Textilber. 1925, H. 8.

Digitized by Google

Tabelle 7. Festigkeitseigenschaften bewetterter Seidengewebe.

Versuchs-Nr.	Versuchsort[1]	Versuchsmaterial	Quadratmetergew. bei 65% Luftfeuchtigkeit g	Anzahl der Fäden auf 10 cm		Gewebefestigkeit in der Kettrichtung[2]								
						Ursprungszustand		Zugfestigkeit kg			Bruchdehnung %			
								Bewetterungsstufe			Bewetterungsstufe			
				Kette	Schuß	Reißlänge km	$f \pm \%$[3]	0	I	II	0	I	II
14	a	Rohseidener Taft, Kette Organsin, Schuß Trame, Bastgehalt 23,2%	52,1	630	330	13,4	0,84	21,04 (100)	1,23 (6)	vollkommen morsch	17,8 (100)	3,6 (20)	—
32	b								—	0,13[4] (0,6)		—	—
33	b	Schappeseide, leinwandbindiges Gewebe aus 2fachem Schappezwirn in Kette und Schuß; Bastgehalt 0,6%	69,5	356	328	13,4	0,77	27,87 (100)	0,62 (2)	0,17[4] (0,6)	11,4 (100)	3,1 (27)	0,5[4] (4)
15	a	dieselbe wie Nr. 33, mit Mars.Seife vollständig entbastet	78,6	—	—	10,0	0,78	22,04 (100)	2,20 (10)	0,24[5] (1)	18,0 (100)	6,2 (34)	3,0[5] (16,5)
16	a	dieselbe wie Nr. 33, 65% ü. p. mineralisch erschwert (Zinnphosphatsilikat, angenommener Bastgehalt 20%)	187,7	—	—	5,8	0,72	27,18 (100)	2,90 (10)	vollkommen morsch[4]	21,8 (100)	10,9 (50)	—
17	a	dieselbe wie Nr. 33, vegetabilisch a. pari erschwert (mit Reingambir, angenommener Bastgehalt 20%)	97,2	—	—	10,8	0,76	29,52 (100)	3,52 (12)	0,37[5] (1)	18,5 (100)	7,5 (40,5)	3,5[5] (19)

Tabelle 8. Gewichtsverlust, Biuretreaktion und Aussehen bewetterter Seidengewebe.

Versuchs-Nr.	Bewetterungsstufe	Reduziertes Quadratmetergewicht bei 65% Luftfeuchtigkeit[6] g	Gewichtsverlust durch das Bewettern[7] auf ein reduz. Quadratmeter g	Gewichtsverlust durch das Bewettern[7] %	Biuretreaktion: in 1proz. Sodalösung lösliche Seidenmenge[8] %	Prüfung auf saure Reaktion	Aussehen der Proben bei Tageslicht	Aussehen der Proben im ultravioletten Licht der Analysen-Quarzlampe
14	0	52,1	—	—	20,0	neutral	hellgelb	hell-rötlichgrau
	I	47,9	4,2	8,1	43,0	zunehmend sauer	hellgrau	blaugrau
	II	43,1	9,0	17,2	61,5			ebenso, gelbstichig
33	0	69,5	—	—	1,9	deutlich sauer	etwas gelblich	schwach gelblichgrau
	I	58,7	10,8	15,5	27,3	etwas weniger deutlich sauer	hellgrau	gelbgrau (Rückseite neutral grau)
	II	53,0	16,5	23,7	31,0			ebenso, etwas heller (Rückseite neutral grau)
15	0	69,1	—	—	1,4	neutral	etwas heller als Nr. 33	weiß
	I	62,0	7,1	10.3	21,0	zunehmend sauer	hellgrau	gelblichgrau (Rücks. blaugelbgrau [grau)
	II	wegen Zerstörung nicht meßbar			29,9			
16	0	144,4	—	—	0,2 (0,4)	schwach alkalisch	weiß (stumpf)	weiß
	I	124,1	20,3	14,1 (29,2)	13,3 (27,5)	sauer	hellgrau (etwas glänzend)	bläulichweiß, sehr hell
17	0	86,0	—	—	—[9]	schwach sauer	braun	dunkelbraun
	I	71,9	14,1	16,4 (23,5)	—	deutlich zunehmend sauer	zunehmend, etwas dunkler, Rückseite etwas heller	fahlbraun (Rückseite dunkelbraun)
	II	53,2	22,8	26,5 (33,1)	—			gelbbraun (Rückseite dunkelbraun)

[1] a = Neubabelsberg, b = Berlin-Dahlem.

[2] Wahrscheinlicher mittlerer Fehler des arithmet. Mittels.

[3] Mittel aus mindestens je 3 Versuchen, nach Maßgabe des verfügbaren Materials. Freie Einspannlänge 100 mm; Streifenbreite der unbewetterten Proben Nr. 14 bzw. 32 und 33: 30 mm, die Streifen der übrigen unbewetterten und bewetterten Proben wurden auf die entsprechend gleiche Fadenzahl gebracht. Geprüft wurde bei 65% Luftfeuchtigkeit und 19° Zimmerwärme. Die in Klammern angegebenen Verhältniszahlen beziehen sich auf den gleich 100 gesetzten Wert der betreffenden unbewetterten Probe.

[4] Die Bewetterung wurde nach 106 Tagen = 750 Sonnenscheinstunden abgebrochen.

[5] Die Bewetterung wurde nach 146 Tagen = 1135 Sonnenscheinstunden abgebrochen.

[6] Die in üblicher Weise ermittelten Quadratmetergewichte sind nach Maßgabe der bei der Bewetterung bzw. Vorbehandlung eingetretenen Schrumpfung auf den ursprünglichen Zustand reduziert worden.

[7] Die in Klammern gesetzten Prozente sind auf das Gewicht der Ursprungsprobe Nr. 33 bezogen.

[8] Die Zahlen geben an, wieviel Seidensubstanz bei einstündiger Behandlung mit 1proz. Sodalösung bei 90 bis 95° in 20facher Flottenmenge in Lösung geht. Die in Klammern gesetzten Werte sind unter Berücksichtigung der Erschwerung auf die Ursprungsprobe Nr. 33 bezogen.

[9] Die Biuretreaktion versagte infolge Überdeckung durch die gleichzeitig abgezogene braune Färbung des Reingambir.

Digitized by Google

für spricht u. a. das Verhalten der dem Licht zugewandt gewesenenen Probenseite im Licht der Analysenquarzlampe (Tabelle 8). Ferner das Verhalten gegenüber manchen Farbstoffen, von denen einige, wie z. B. Methylenblau, Diamantfuchsin, Säureviolett 4 B u. a. die belichtete Seite stärker, andere, wie z. B. Methylorange, die belichtete Seite schwächer anfärben als die Rückseite (Abb. 12). Auch Silberreagens wird von der belichteten Seite stark reduziert, und die Reaktion mit Diazobenzolsulfosäure tritt sehr kräftig ein. Beim Mikroskopieren der so vorbehandelten oder gefärbten Seide erkennt man ebenfalls deutlich, daß nur die dem Licht direkt ausgesetzten Stellen geschädigt worden sind. Nebenbei bemerkt, weist auch die bewetterte Seide, ähnlich wie Wolle, eine stark gesteigerte Netzfähigkeit auf.

Bei künftigen Versuchen müßten die Bewetterungsstufen für Seide wesentlich kürzer gewählt werden, um den zeitlichen Verlauf besser zu erkennen. Von Interesse wäre es, die Versuche auf den Einfluß der Stoffdicke, der Vorbehandlung mit Säuren und Alkalien bzw. deren Gegenwart, der Färbung und Farbtiefe, Erschwerungshöhe u. a. auszudehnen. Besonders interessant dürften auch Versuche darüber sein, ob sich der bei Wolle bewährte Lichtschutz des Chromierens bzw. der Behandlung mit anderen Metallsalzen auch auf Seide übertragen läßt.

III. Gewebe aus Pflanzenfasern.

Harrison[1] hat für Zellulose eine Zersetzung unter Bildung reduzierender Substanzen beim Bestrahlen mit ultravioletten Strahlen nachgewiesen. Turner[2] fand bei Bewetterungsversuchen, daß sich Baumwolle widerstandsfähiger erwies als Leinen, welches nach einem halben Jahre 72% an Festigkeit verlor; er stellte für die Flachsfaser fest, daß die Faserschwächung durch die kurzwelligen Strahlen unter 3600 AE hervorgerufen wird, und glaubte diese auf eine photochemische Oxydadation zurückzuführen. Eine solche ist jedoch nach Waentig[3] unwahrscheinlich, da der Zerfall auch in Stickstoffatmosphäre eintritt. Nach seinen Versuchen wie auch nach denen von Heermann und Sommer[4] ist Baumwolle ultravioletten Strahlen gegenüber empfindlicher als Flachs. Schließlich haben die neueren Untersuchungen von Kauffmann[5] gezeigt, daß die Baumwolle nur durch Strahlen unter 3500 AE geschädigt wird, und daß es sich hierbei um keinen Oxydationsvorgang handelt; die entstehende „Photozellulose" zeigt zwar in ihrem Verhalten weitgehende Ähnlichkeit mit der Oxyzellulose, besitzt jedoch die gleiche „Sauerstoffzahl" und dieselbe Zusammensetzung $C_6H_{10}O_5$ wie Zellulose.

Für die neuen Bewetterungsversuche wurde je ein Baumwoll-, Leinen-, Hanf-, Jute- und Kunstseidengewebe verwendet (nähere Beschreibung s. Tabelle 9), von denen jedes eine gute Qualität seiner Art darstellte; mit diesen Proben wurden Parallelversuche in Neubabelsberg und Dahlem ausgeführt. In allen Fällen waren durch die Bewetterung fortschreitend erhebliche Festigkeitsverluste (Tabelle 9) eingetreten. Es geht aus den Ergebnissen der beiden Reihen eindeutig hervor, daß auch hier, wie bei Wolle und Seide, die Zerstörung in der wesentlich reineren Atmosphäre von Neubabelsberg etwas weniger stark eingetreten ist als in Dahlem.

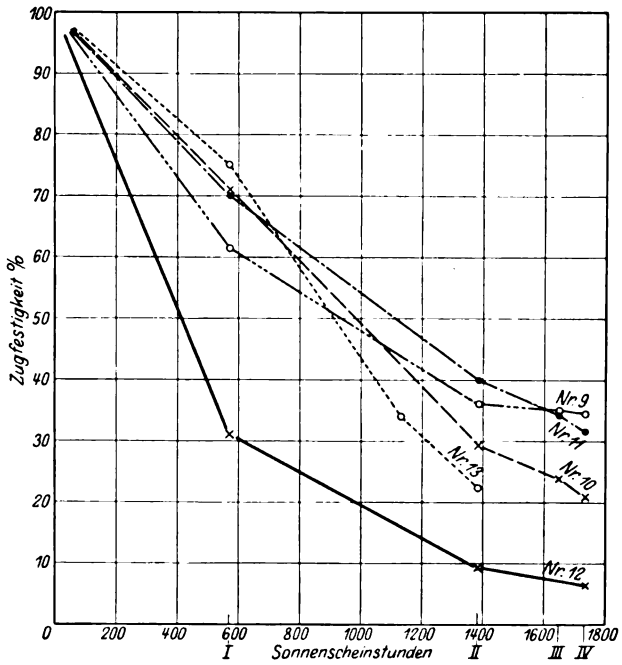


Abb. 19. Festigkeitsabnahme bewetterter Gewebe aus Pflanzenfasern.

In der ersten Hälfte der Versuchszeit ist der Festigkeitsabfall erheblich größer als in der zweiten (Abb. 19). Offenbar ist neben der Lichtwirkung die Feuchtigkeit von Einfluß gewesen und hat insbesondere bei den Bastfasern die Zerstörung des Pflanzenleimes begünstigt, der bei den unbewetterten Proben einen bedeutenden Anteil an der Festigkeit hat. Auch der Gewichtsverlust (Tabelle 10) spricht dafür, der bei den Bastfasergeweben, auf die Flächeneinheit bezogen und in Gramm ausgedrückt, in besonderem Maße im zweiten Vierteljahr

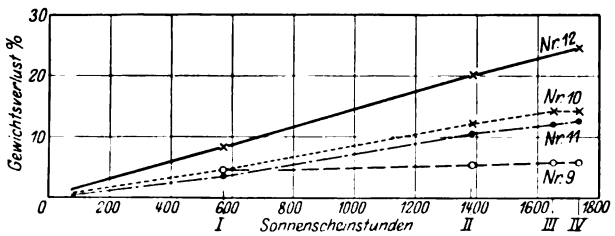


Abb. 20. Gewichtsverlust bewetterter Gewebe aus Pflanzenfasern.

der Bewetterung eingetreten ist. Beim Baumwollgewebe entspricht der gesamte Gewichtsverlust etwa der Menge der Verunreinigungen, wie sie beim Beuchen entfernt werden, darüber hinaus ist kein Verlust eingetreten. Aus dem der Zahl der Sonnenscheinstunden proportionalen Verlauf der Gewichtsabnahme (Abb. 20) geht hervor, daß als primäre Ursache der Zerstörung die Einwirkung des Lichts anzusehen ist, nach deren Maßgabe die löslichen Abbauprodukte vom Regen herausgewaschen worden sind.

[1] Harrison: J. Soc. Dyers and Col. 1912, S. 225.
[2] Turner: J. Soc. Dyers and Col. 1920, S. 165.
[3] Waentig: Textile Forsch. 1921, S. 15.
[4] Heermann und Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 5 u. 6.
[5] Kauffmann: Melliand Textilber. 1926, H. 7.

Digitized by Google

Tabelle 9. Festigkeitseigenschaften bewetterter Gewebe aus Pflanzenfasern.

Versuchs-Nr.	Versuchsort[1]	Versuchsmaterial	Quadratmetergew. bei 65% Luftfeuchtigkeit g	Anzahl der Fäden auf 10 cm		Gewebefestigkeit in der Kettrichtung[3]									
						Ursprungszustand		Zugfestigkeit kg					Bruchdehnung %				
								Bewetterungsstufe					Bewetterungsstufe				
				Kette	Schuß	Reißlänge km	$f \pm \%$[2]	0	I	II	III	IV	0	I	II	III	IV
9	a	Feinfädiges rohes Baumwollgewebe (Mako), Leinwandbindung, Kette und Schuß einfaches Garn	97,7	515	529	10,7	0,89	31,36 (100)	19,35 (61,5)	11,30 (36)	11,06 (35)	10,90 (34,5)	10,2 (100)	11,0 (108)	9,0 (88)	8,7 (85)	8,1 (79)
27	b								17,48 (57)	10,38 (33)	9,69 (31)	9,60 (30,5)		10,0 (98)	8,6 (84)	8,0 (78)	8,1 (79)
10	a	Feinfädiges Rohleinen, Leinwandbindung, Kette und Schuß einfaches Garn	147,1	210	208	9,8	0,92	43,34 (100)	30,78 (71)	12,79 (29,5)	10,31 (24)	9,09 (21)	13,7 (100)	20,9 (153)	12,8 (93)	10,1 (74)	10,1 (74)
28	b								29,63 (68,5)	9,07 (21)	—	8,65 (20)		20,3 (149)	12,3 (90)	—	10,3 (75)
11	a	Hanfgewebe (Segeltuch), roh, Leinwandbindung, Kette und Schuß einfaches Garn	425	77 Doppelfäden	74	10,5	2,79	133,8 (100)	93,6 (70)	53,8 (40)	46,2 (34,5)	42,0 (31,5)	12,8 (100)	21,9 (171)	17,6 (138)	18,3 (143)	17,1 (134)
29	b								80,8 (60)	50,6 (38)	—	37,8 (28)		15,6 (122)	18,0 (141)	—	15,5 (121)
12	a	Juteleinen (Hessian) H 320, Leinwandbindung, Kette und Schuß einfaches Garn	316	50	48	3,9	3,18	37,26 (100)	12,96 (35)	—	—	—	5,8 (100)	5,5 (95)	—	—	—
30	b								11,51 (31)	3,60 (9,5)	—	2,46 (6,5)		6,0 (104)	5,7 (98)	—	3,5 (60)
13	a	Kunstseidenstoff, roh, Köper $^3/_1$, Kette und Schuß 2fache Kunstseidenschappe (Viskose)	125,8	410	256	5,1	1,06	19,12 (100)	14,33 (75)	6,54[4] (34)	vollkommen zerstört		10,5 (100)	12,8 (122)	8,2[4] (78)	—	—
31	b								13,30 (69,5)	4,30 (22,5)	—	—		12,3 (117)	—	—	—

Nach den Versuchen von Kauffmann hat die beim Belichten von Baumwolle entstehende Photozellulose mit Oxyzellulose gemein, daß sie sich in kochender, verdünnter Natronlauge löst. Beim Baumwollgewebe Nr. 9 ergab sich, nach der Kauffmannschen Permanganatmethode[5] bestimmt, für jede Bewetterungsstufe ein Photozellulosegehalt, der angenähert der Hälfte des ermittelten prozentualen Festigkeitsverlustes entsprach; dies dürfte wohl darauf zurückzuführen sein, daß nur die direkt dem Licht ausgesetzten Fadenstellen die photochemische Veränderung im vollen Maße erfahren haben, dagegen die an den Kreuzungsstellen abgedeckten Kett- und Schußfäden zum Teil vor der Einwirkung geschützt blieben. Da bei den Bastfasergeweben infolge des Pflanzenleimgehaltes eine direkte Photozellulosebestimmung nicht möglich war, wurde bei allen Proben lediglich der Gewichtsverlust durch einmaliges Abkochen mit Normalnatronlauge vergleichsweise bestimmt; die Lösungen nahmen mit fortschreitender Bewetterungsstufe eine hellgelbe bis gelbbraun abgestufte Färbung an, bei der ein Jahr bewetterten Jute trat zudem vollständiger Zerfall in die Elementarzellen ein. Rechnet man bei den Bastfasern zum Abkochverlust den beim Bewettern eingetretenen Gewichtsverlust hinzu und vergleicht die zugehörigen Festigkeitsverluste, so ergibt sich, daß Hanf und Flachs gegen Bewettern anfangs etwas widerstandsfähiger als Baumwolle sind; vermutlich wirken die zunächst noch nicht zerstörten Pektinstoffe anfangs etwas schützend, erst nach ihrer Entfernung wird die Faser für den Angriff frei, der nun bei weiterem Bewettern in stärkerem Maße vor sich geht als bei Baumwolle. Die stärkste Veränderung erleidet Jute, bei welcher die für die Festigkeit ausschlaggebende, die Elementarzellen verbindende Kittsubstanz allmählich ganz zerstört worden ist. Bedenkt man die geringe Tiefenwirkung der zerstörenden kurzwelligen Strahlen, und daß die untersuchten Bastfasergewebe gegenüber dem Baumwollgewebe entsprechend ihrem bedeutend größeren Quadratmetergewicht erheblich dicker sind, so muß man der Baumwolle die größte Lichtwiderstandsfähigkeit unter den hier geprüften Pflanzenfasern zusprechen.

Auch im Aussehen der Proben (Tabelle 10) ist durch die Bewetterung eine Veränderung eingetreten; der

[1] a = Neubabelsberg, b = Berlin-Dahlem.

[2] Wahrscheinlicher mittlerer Fehler des arithmetischen Mittels.

[3] Mittel aus mindestens je 3 Versuchen, nach Maßgabe des verfügbaren Materials. Freie Einspannlänge 100 mm; Streifenbreite der unbewetterten Proben 30 mm, die Streifen der bewetterten Proben wurden auf die entsprechende gleiche Fadenzahl gebracht. Geprüft wurde bei 65% Luftfeuchtigkeit und 19° Zimmerwärme. Die in Klammern angegebenen Verhältniszahlen sind auf den gleich 100 gesetzten Wert der betreffenden unbewetterten Probe bezogen.

[4] Die Bewetterung wurde nach 149 Tagen = 1135 Sonnenscheinstunden abgebrochen.

[5] Kauffmann: Melliand Textilber. 1923, H. 7/8; 1925, H. 8.

Digitized by Google

Tabelle 10. Gewichtsverlust und Aussehen bewetterter Gewebe aus Pflanzenfasern.

Versuchs-Nr.	Bewetterungsstufe	Reduziertes Quadratmetergewicht bei 65% Luftfeuchtigkeit[1]	Gewichtsverlust durch das Bewettern		Abkochverlust[2]	Aussehen der Proben	
			auf ein reduz. Quadratmeter			bei Tageslicht	im ultravioletten Licht der Analysen-Quarzlampe
		g	g	%	%		
	0	97,7	—	—	1,9	gelblich, Naturfarbe	sehr hell schokoladenbraun
	I	93,4	4,3	4,4	8,3	natürlicher Farbstoff zerstört,	hellviolett
9	II	92,6	5,1	5,2	11,8		
	III	92,0	5,7	5,8	16,6	weißgebleicht,	dunkelviolett, kaum zunehmend
	IV	92,0	5,7	5,8	18,8		
	0	147,1	—	—	20,2	hellgrau, Naturfarbe	kaffeebraun,
	I	140,7	6,4	4,4	19,5	natürlicher Farbstoff zerstört,	hellgrau, mit Violettstich,
10	II	129,3	17,8	12,1	21,1		
	III	126,2	20,9	14,2	20,6	gebleicht,	dunkelbiolett, mit Gelbstich,
	IV	126,3	20,8	14,2	20,5		kaum zunehmend
	0	425	—	—	19,8	hellgrau, Naturfarbe	sandgrau,
	I	408,5	16,5	3,9	20,1	natürlicher Farbstoff zerstört,	hellgrau, etwas heller als vorher,
11	II	378,5	46,5	10,9	16,7		
	III	373	52	12,2	16,8	gebleicht,	dunkelviolett, mit Gelbstich,
	IV	371	54	12,7	16,9		wenig zunehmend
	0	316	—	—	15,1	gelbgrau, Naturfarbe.	hellgrau,
	I	290	26	8,2	35,4	Bräunung,	gelbgrau,
30	II	252	64	20,2	35,2	silbergrau,	neutralgrau,
	IV	238	78	24,6	31,5		dunkelviolettgrau
	0	125,8	—	—	12,0	rohweiß,	hellbeige,
13	I	125,4	0,4	0,3	19,3	gebleicht,	hellviolett,
	II	118,4	47,4	5,9	30,8		dunkelviolett

natürliche Farbstoff ist durch die Lichtwirkung mehr oder weniger zerstört worden, eine Bleichwirkung ist mit fortschreitender Bewetterung deutlich auf der dem Licht zugewandten Seite zu erkennen. Die an der Faser eingetretenen chemischen Veränderungen sind allerdings anderer Art, als sie ein normaler Bleichprozeß mit sich bringt. Das zeigt schon eine Betrachtung der Proben im ultravioletten Licht der Analysenquarzlampe[3], die übrigens für manche Untersuchungen, wie Identitätsnachweis von Stoffen und Färbungen, Flecken usw., recht brauchbar sein dürfte und nach dieser Richtung einer eingehenderen Prüfung unterzogen werden sollte. So wurde z. B. an einer größeren Zahl von rohen Hanf- und Flachsgarnen und -geweben beobachtet, daß sich mit ihrer Hilfe roher Hanf von rohem Flachs unterscheiden läßt, was gewöhnlich — besonders bei Werggarnen — ohne mikroskopische Prüfungen schwierig oder unmöglich ist; Rohflachs erscheint im Licht der Analysenquarzlampe stets etwas dunkler (etwa kaffeebraun) als Rohhanf (sandgrau). Die bewetterten pflanzlichen Gewebe weisen nun alle einen dunkelvioletten Farbton auf, wie er sonst bei Schädigungen durch Chemikalien usw. nicht beobachtet worden ist. Die vom Licht nicht direkt getroffene Rückseite weist diese Erscheinung nicht oder nur in weit schwächerem Maße auf. Eine bei anderer Gelegenheit mit ultravioletten Strahlen einer Quecksilberdampflampe bestrahlte Probe des Baumwollgewebes (Nr. 9) zeigte unter der Analysenquarzlampe nur eine etwas hellere Färbung als die unbelichtete Probe; vermutlich spielen beim Bewettern neben der Lichtwirkung noch andere Einflüsse eine Rolle. Allerdings war in dem erwähnten Falle die Zerstörung noch nicht so weit vorgeschritten wie bei den bewetterten Proben:

Mit der Quarzlampe belichtet Std.	Zugfestigkeit kg	Kupferzahl nach Schwalbe
0	31,4 (100)	0,83
3	31,3 (99,5)	0,92
6	30,65 (98)	1,07
12	29,3 (93)	1,40

Die bewetterten Proben der Baumwolle und Kunstseide reduzieren, ähnlich wie Oxyzellulose, Fehlingsche Lösung und Silberreagens stärker als die unbewetterten; Ausfärbungen mit Methylenblau fallen wenig tiefer aus als bei den nichtbewetterten Proben, vermutlich infolge struktureller Änderung der Faser, da andere Farbstoffe, wie z. B. Kongorot das gleiche Verhalten aufweisen. Bei den Bastfasern, für die obige Reaktionen infolge der Gegenwart von Pektinstoffen eine Beurteilung nicht zulassen, tritt die bekannte Reaktion mit Phlorogluzinsalzsäure an den dem Licht direkt ausgesetzt gewesenen Stellen schon nach vierteljähriger Bewetterung nicht mehr, bei Jute nur noch sehr schwach ein; dagegen tritt an den durch Fadenverkreuzung verdeckt gewesenen Stellen noch nach einjähriger Bewetterung deutliche Rötung mit Phlorogluzinsalzsäure ein, besonders bei

[1] Die in üblicher Weise ermittelten Quadratmetergewichte sind nach Maßgabe der bei der Bewetterung eingetretenen Schrumpfung auf den ursprünglichen Zustand reduziert worden.

[2] Die ermittelten Werte geben an, wieviel Substanz bei $^1/_2$stündiger Behandlung mit kochender Normal-Natronlauge in 100facher Flottenmenge in Lösung gegangen ist; die Berechnung in Prozenten bezieht sich auf das Gewicht der unbewetterten Probe.

[3] Hergestellt von der Quarzlampen-Gesellschaft m. b. H., Hanau am Main.

Digitized by Google

Jute, ein sichtbarer Beweis dafür, daß die Zerstörung hauptsächlich durch Licht hervorgerufen worden ist. Auch die bekannte Rotfärbung gechlorter Jute mit Natriumsulfit erfährt mit zunehmender Bewetterung eine merkliche Abnahme.

Unter dem Mikroskop ist eine Veränderung der Faserstruktur an den bewetterten Proben nicht zu beobachten, jedoch weisen die Quellungserscheinungen mit Kupferoxydammoniak an den bewetterten Baumwoll- und Flachsfasern erhebliche Unterschiede gegenüber den unbewetterten Rohfasern auf. Die bewetterte Baumwolle gibt die bekannten tonnenförmigen oder perlenschnurartigen Quellungen nicht mehr, sondern quillt — ähnlich wie gebleichte Baumwolle — breit und gleichmäßig, ohne Einschnürungen, auf, wie Abb. 21 zeigt;

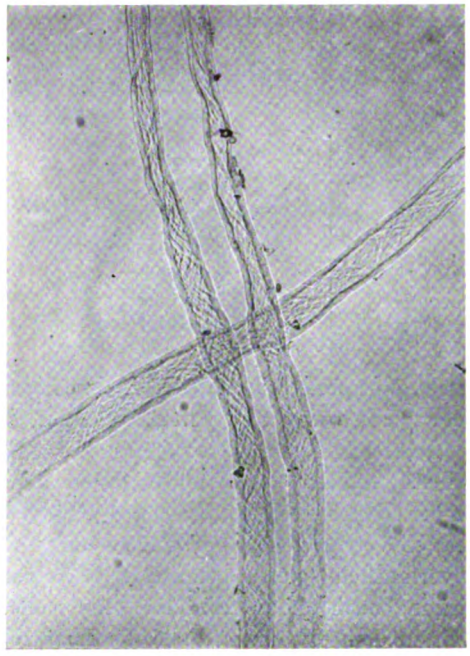


Abb. 21. Quellung bewetterter Baumwollfasern in Kupferoxydammoniak.

Abb. 22. Quellung bewetterter Flachsfasern in Kupferoxydammoniak.

offenbar ist durch die Bewetterung die Kutikula zerstört worden, wofür auch die Kongorotprobe nach Bright[1] spricht, denn die bewetterte Baumwollfaser quillt in Natronlauge und färbt sich darauf mit Kongorot erheblich stärker als die unbewetterte. Auch die Flachsfaser gibt bei längerer Einwirkung der Quellflüssigkeit ein ähnliches Bild, nachdem zuvor die Quellung an den „Verschiebungen" eingesetzt und den Innenschlauch an diesen Stellen aufgetrieben hat (Abb. 22); der am unbelichteten Rohflachs zurückbleibende, charakteristische, vielfach gewundene feine Innenschlauch tritt an den bewetterten Proben nicht auf.

Nach diesen orientierenden Vorversuchen wird es Aufgabe künftiger Versuche sein müssen, die Einflüsse von Dicke (Tiefenwirkung), Porosität (Drehung, Zwirnung, Dichte), der Veredlung (Bleichen, Mercerisieren), der Färbung mit im Ultraviolett absorbierenden Farbstoffen, von Metallsalzen (Chrom, Kupfer), von Gerbsäuren und Ölimprägnierung auf den Grad der Schädigung durch Bewettern eingehender festzustellen. Besonders für Pflanzenfasern sind derartige Untersuchungen von Bedeutung mit Rücksicht auf die verbreitete Anwendung solcher Gewebe als Wagenplanen, Zelt- und Segelstoffe usw., die den Einflüssen der Witterung besonders ausgesetzt sind; einzubeziehen wären ferner in diese Untersuchungen die Hartfasern, die in Form von Garn und Tauen ebenfalls im praktischen Gebrauch den Unbilden der Witterung unterworfen sind. —

Die vorliegenden Untersuchungen haben in allen Fällen gezeigt, daß die beim Bewettern eintretende Zerstörung von Faserstoffen ein im wesentlichen sich an der Oberfläche der belichteten Seite der Gewebe abspielender Vorgang ist, der auf die Wirkung der kurzwelligen, hauptsächlich ultravioletten Strahlen des Sonnenlichts zurückzuführen ist, wobei zum Teil die Gegenwart von Feuchtigkeit in einem den Zerfall fördernden Sinne mitwirkt. Vergleicht man die Ergebnisse der Festigkeitsprüfung der bewetterten Proben mit den früheren Ergebnissen der mit ultravioletten Strahlen belichteten Faserstoffe[1] unter Zuhilfenahme des gewonnenen Kurvenmaterials, so findet man, daß sich alle Faserstoffe bei beiden Versuchsreihen in der ersten Zeit annähernd analog verhalten, im weiteren Verlauf der Bewetterung verschieben sich jedoch die Verhältnisse erheblich bei Wolle und Bastfasern gegenüber dem Verhalten bei U-Licht, und zwar offenbar durch die hier nicht unerhebliche reaktionsbeschleunigende Mitwirkung der Feuchtigkeit beim Zerstörungsvorgang. Beurteilt man die Empfindlichkeit der untersuchten Gewebe gegen Bewetterung nach der Zahl der Sonnenscheinstunden (in Klammern angegeben), die erforderlich ist, um einen Festigkeitsverlust herbeizuführen, der

[1] Bright: J. Text. Inst. Bd. 17, S. 396 (nach einem Referat im Chem. Zentralbl. 1926 II, S. 2131).

[1] Heermann und Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 5/6.

Digitized by Google

das Gewebe zur Weiterverwendung praktisch unbrauchbar macht, also etwa die Hälfte der Ursprungsfestigkeit, so ergibt sich folgende Reihe: am empfindlichsten ist die Seide (200) und Jute (400), in größerem Abstand folgen Kunstseide (900), Baumwolle (940), Flachs (990), Hanf (1100) und rohe Wolle (1120), am günstigsten verhält sich chromierte Wolle (etwa 1900). Es sei jedoch ausdrücklich bemerkt, daß sich diese Wertung nicht auf den Faserstoff als solchen, sondern auf die für die vorliegenden Untersuchungen benutzten Gewebe bezieht, da die ungleiche Dicke der Stoffe unberücksichtigt geblieben ist.

Der Nachweis chemischer Schädigung bei Erzeugnissen aus Pflanzenfasern[1].

Von **H. Sommer.**

Erzeugnisse aus pflanzlichen Faserstoffen neigen überall, wo sie chemischen Einwirkungen ausgesetzt sind, sei es während der Fabrikation oder Veredelung oder im praktischen Gebrauch, leicht zu Schädigungen, die sich häufig als versteckte Fehler erst viel später und oft in verhängnisvoller Weise durch verminderte Haltbarkeit der Ware auswirken können. Nicht nur für den Verbraucher, auch für den Hersteller ist es daher von Nutzen, solche Schäden rechtzeitig zu erkennen und ihre Ursachen zu ermitteln, um weitergehenden Schaden durch entsprechende Maßnahmen zu verhüten und sich vor wirtschaftlichen Verlusten zu schützen.

Die zumeist vorkommenden Schädigungen, die sich durch eine mehr oder weniger große Faserschwächung oder Vermürbung kenntlich machen, sind auf die Bildung von Oxyzellulose und Hydrozellulose zurückzuführen. In besonderen Fällen kann auch eine schädigende Einwirkung von Licht, Luft und Wetter vorliegen.

Oxyzellulose kann auf verschiedene Weise entstehen. Häufig ist sie durch Einwirkung heißer Laugen in Gegenwart von Luftsauerstoff bedingt, so z. B. beim Beuchen, wenn der Beuchkessel ungenügend entlüftet oder die Ware durch die Kochflüssigkeit ungenügend bedeckt ist; die Größe der eintretenden Schädigung ist von Konzentration, Temperatur und Zeitdauer der Einwirkung abhängig. Auch bei anderer Gelegenheit kann die Gegenwart von Alkali schädigend wirken. In einem Falle war z. B. ein Oberhemd nach dem Bügeln an den gestärkten Stellen morsch geworden; die Prüfung ergab, daß die verwendete Stärke erhebliche Mengen freien Alkalis enthielt, mit dem sie vermutlich aufgeschlossen worden war, und welches in der Bügelhitze zur Bildung von Oxyzellulose geführt hatte. Oxyzellulose entsteht ferner bei unsachgemäßer Anwendung von Bleichmitteln, je nach Konzentration, Temperatur und Zeitdauer beim Bleichen, bei spontaner Zersetzung des Bleichmittels durch Säuren usw. Lokale Schädigungen dieser Art treten beim Bleichen durch ungenügende Auflösung des Bleichmittels (Chlorkalk, Perborat u. a.) oder durch katalytische Wirkung bei Anwesenheit gewisser Metalle (Kupfer, Eisen, Blei) auf. Auch Rückstände von Bleichmitteln, die infolge ungenügender Wäsche, Neutralisation, Absäuerung usw. in der Ware verbleiben, können noch nachträglich ihre verderbliche Wirkung ausüben.

Hydrozellulose entsteht dagegen, je nach Konzentration, Temperatur und Zeitdauer, durch Einwirkung von Säuren, vornehmlich Mineralsäuren. Die die Schädigung verursachende Säure kann infolge ungenügenden Waschens vom Absäuern nach dem Bleichen zurückgeblieben sein — Pflanzenfasern halten bekanntlich beim Waschen geringe Mengen von Säuren hartnäckig zurück —, sie kann aber auch aus Schlichtmitteln stammen, die in der Hitze hydrolytisch leicht spaltbare Salze, wie Chlorzink, Chlormagnesium u. a. enthalten. Besonders die immer wieder anzutreffende Unsitte des Chlormagnesiumzusatzes zur Schlichte gibt häufig beim Sengen Anlaß zu größeren Schädigungen durch die in der Hitze abgespaltene Salzsäure; man sollte daher in Lohnbleichereien nicht unterlassen, die Ware vor dem Sengen auf evtl. Gehalt an Chlormagnesium zu prüfen und dieses gegebenenfalls vorher durch Waschen zu entfernen. Weitere Schädigungsmöglichkeiten sind durch Avivage mit Mineralsäuren und — bei stranggefärbten Halbwollwaren — durch Übertragung von Säurerückständen von der Wolle, die beim Färben in ihr zurückgeblieben sein können, auf die Baumwolle gegeben. Auch Stempelfarben, die mitunter zur Kennzeichnung von Wäschestücken verwendet werden, enthalten häufig einen Säurezusatz, der an der betr. Stelle zur Vermürbung führen kann. Schließlich können auch beim Färben von Anilinschwarz, wenn der Oxydationsvorgang nicht normal verläuft, durch die freiwerdende Salzsäure erhebliche Verbrennungen eintreten, und bekannt ist ferner die sog. Autoxydation von Schwefelschwarzfärbungen beim Lagern, die besonders leicht dann eintritt, wenn eine Bichromatnachbehandlung unterlassen worden ist, und die eine allmähliche Vermürbung der Ware durch die entstandene Schwefelsäure herbeiführen kann. Auch der „Säurefraß" beim Lagern von Nitrokunstseide, entstanden durch Einwirkung der aus labilen Schwefelsäure-Zelluloseestern freigewordenen Schwefelsäure, beruht auf Hydrozellulosebildung, ebenso das Morschwerden $^1/_4$ oder $^1/_2$ gebleichten Leinengarns bei längerem Lagern; letzteres beruht auf dem Umstand, daß die Eiweißkörper der Flachsfaser bei der Chlorbleiche chloriert werden und das entstehende Chloramineiweiß, das selbst intensivem Waschen, Absäuern und Spülen widersteht, wenn es nicht durch Antichlor unschädlich gemacht worden ist, beim Lagern allmählich Salzsäure abspaltet.

Schädigungen durch Licht und Wetter kommen nur für Stoffe in Frage, die — wie z. B. Segeltuche für Wagenplanen, Zelte, Flugzeugbespannstoffe usw. — dauernd im Freien verwendet werden. Wirksam sind hierbei die ultravioletten Strahlen des Sonnenlichtes, die eine mit Faserschwächung verknüpfte Veränderung der Zellulose herbeiführen (Photozellulose), wobei Feuch-

[1] Original: Spinner und Weber 1927, Nr. 22/23.

Digitized by Google

tigkeit reaktionsbeschleunigend mitwirkt. Da im allgemeinen eine längere Einwirkung der Atmosphären erforderlich ist, um eine merkliche Schwächung herbeizuführen, dürfte eine ernstliche Schädigung z. B. bei der Rasenbleiche von Wäsche unter normalen Umständen nicht zu erwarten sein.

Beim Vorliegen einer Faserschwächung kann die Kenntnis der hauptsächlichsten Entstehungsmöglichkeiten die Prüfung auf Ursache des Fehlers zwar erleichtern, doch muß man sich stets vor Augen halten, daß die Feststellung der Ursache oft sehr schwierig, ja häufig unmöglich ist, da die gebräuchlichen Reaktionen auf Oxy- und Hydrozellulose nicht eindeutig sind und die für die Aufklärung wichtigen Begleitsubstanzen durch besondere Umstände, wie B. z. im Gebrauch bereits vorgenommene Wäsche, entfernt worden sein können. Im folgenden soll eine Übersicht über die gebräuchlichsten Nachweisverfahren chemischer Schädigung bei Pflanzenfasern gegeben werden.

Der Nachweis von Oxyzellulose

gelingt nur deutlich, wenn mit der Ware keine Nachbehandlung mit heißen Alkalien vorgenommen worden ist, in denen Oxyzellulose bekanntlich löslich ist; auch kann sie schon teilweise in den Bleichbädern in Lösung gegangen sein. Erschwerend kommt hinzu, daß Hydrozellulose, Pektinstoffe, Stärkeabbauprodukte (Dextrin, Zucker), Fette in den meisten Fällen die gleichen Reaktionen ergeben, so daß ein eigentlich typisches Reagens für Oxyzellulose bisher noch fehlt und man bei der Beurteilung der Reaktionen Vorsicht üben muß.

In der Praxis wird vielfach das Ausfärben mit kalter oder heißer 0,1proz. Methylenblaulösung[1] mit nachherigem gründlichen Waschen in kaltem bzw. siedendem Wasser angewendet, wobei sich Oxyzellulose stärker als reine Zellulose anfärbt. Ristenpart[2] hat diese Methode quantitativ ausgestaltet, indem er den Weißgehalt der 10 Min. in kalter 0,001proz. Methylenblaulösung ($^1/_2$ l für eine 5 qcm große Probe) ausgefärbten Probe mit dem Halbschattenphotometer nach Ostwald unter Zwischenschaltung einer Gelbscheibe mißt und auf den Weißgehalt der ungefärbten Ware bezieht; die „Methylenblauzahl", d. i. die Zunahme des Quotienten

$$\frac{\text{Weißgehalt ungefärbt}}{\text{Weißgehalt der Methylenblaufärbung}}$$

der gebleichten Ware gegenüber dem gleichen Quotienten der Rohware, ausgedrückt in Prozenten der letzteren, soll bei richtiger Bleiche nahe bei Null liegen. Es hat sich jedoch herausgestellt, daß das Methylenblauverfahren nicht immer zuverlässig ist; nach Kind[3] kann auch oxyzellulosefreie Bleichware, wenn sie — wie dies bei der Wäsche mit wasserglashaltigen Waschmitteln vorkommen kann — insbesondere mit kieselsaurem Kalk inkrustiert ist, ebenfalls erhöhtes Anfärbevermögen aufweisen, und auch Kauffmann[4] führt das stärkere Anfärben oxyzellulosehaltiger Ware lediglich auf physikalische Veränderung der Faserstruktur zurück und konnte eine erhöhte Farbstoffaufnahme auch für Hydrozellulose feststellen.

Eine Reihe von Reaktionen auf Oxyzellulose beruht auf deren Reduktionswirkung. Legt man nach R. Scholl die Probe in eine Aufschlämmung feinverteilten Indanthrengelbs (Flavanthren) in 10proz. Natronlauge, quetscht ab und hält sie über Wasserdampf, so tritt an den oxyzellulosehaltigen Stellen infolge Verküpung des Farbstoffs Blaufärbung ein. — Alkalische Metallsalzlösungen (Neßlers Reagens, ammoniakal. Silberlösung, Fehlingsche Lösung) werden ebenfalls durch Oxyzellulose reduziert; da dieselben auch von Stärkeabbauprodukten, Pektinstoffen, Fetten usw. reduziert werden, muß die Probe vorher durch Extrahieren mit Fettlösungsmitteln und Abkochen mit Wasser von diesen Stoffen befreit werden, insbesondere ist auch eine vorsichtige Beurteilung beim Vorliegen pektinhaltigen Materials (Leinen) geboten.

Neßlersches Reagens (10 g Quecksilberjodid in 5 g Jodkalium : 50 Wasser gelöst, dazu 20 g Natronhydrat : 50 Wasser) gibt beim Bestreichen der Ware an oxyzellulosehaltigen Stellen Grau-Braunfärbung.

Eine Gelb- bis Braunfärbung erhält Oxyzellulose beim Behandeln mit ammoniakalischer Silbernitratlösung (10 ccm $n/_{10}$-Silbernitrat, 1,5 ccm konz. Ammoniak, 4 ccm $n/_{10}$-Natronlauge; farblose Lösung); die Reaktion tritt schon in der Kälte, gegebenenfalls beim Erwärmen auf 50 bis 60° ein. Goetze[1] verwendet das Silberreagens insbesondere zur quantitativen Bestimmung von Oxyzellulose in Kunstseide; da auch normale Kunstseide in merklichen Mengen in Alkali, besonders in der Hitze, löslich ist, bereitet er das Reagens ohne Alkalizusatz (1 Liter 1 proz. Silbernitratlösung + 7,0 g Natriumazetat) und verfährt folgendermaßen: 1 g Faser wird auf dem Wasserbade mit 20 ccm Silberreagens $^1/_2$ St. erwärmt, abgequetscht und ausgewaschen; das auf der Faser abgeschiedene Silber wird mit verdünnter Salpetersäure gelöst und mit $n/_{100}$-Rhodanammoniumlösung (Eisenammoniumalaunlösung als Indikator) titrimetrisch bestimmt; dieselbe Probe wird hierauf nochmals in gleicher Weise behandelt und die erneut bestimmte Silbermenge von der ersten in Abzug gebracht; auf 100 g Substanz berechnet, erhält man die sog. „Silberzahl", die bei normaler Kupferseide etwa 10, bei normaler Viskose und Nitroseide etwa 80 betragen soll.

Die Furfurolreaktion (Rotfärbung mit Phlorogluzin), die einerseits das Lignin, andererseits aber auch Oxyzellulose beim Destillieren mit Salzsäure liefert, kann nach Goetze[2] ebenfalls zur Erkennung der Oxyzellulose herangezogen werden. Hydrozellulose gibt die gleiche Reaktion nur ganz schwach und kann durch Einhaltung besonderer Versuchsbedingungen ausgeschaltet werden. Man erreicht dies, wenn man das Fasermaterial nicht mit Salzsäure destilliert, sondern direkt mit 1 : 1 verdünnter konz. Salzsäure im Reagensglas bei Gegenwart von etwas Phlorogluzin kocht. Bei normal gebleichtem Material tritt nur eine schwache Rosafärbung, bei überbleichtem Material intensive Rotfärbung ein.

[1] F. H. Thies: Färber-Ztg. 1913, S. 25.
[2] E. Ristenpart und E. Pfau: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1923, H. 4, 9, 12.
[3] W. Kind: Spinner Weber 1925, H. 41.
[4] H. Kauffmann: Melliand Textilber. 1925, H. 8.

[1] K. Goetze: Z. angew. Chem. 1926, S. 343.
[2] K. Goetze: Seide 1926, S. 429, 470.

Digitized by Google

Am häufigsten wird das Reduktionsvermögen der Oxyzellulose gegenüber Fehlingscher Lösung (Lösung I: 34,6 g krist. Kupfersulfat in 500 ccm Wasser; Lösung II: 173 g Seignettesalz (Kaliumnatriumtartrat) und 52 g Natriumhydroxyd in 500 ccm Wasser; Lösung I und II getrennt aufbewahren und vor dem Gebrauch gleiche Volumina miteinander mischen) zum Nachweis herangezogen; kocht man die zu prüfende Ware einige Minuten in der klaren, blauen Lösung, so setzt sich beim Vorhandensein von Oxyzellulose rotes Kupferoxydul auf der Faser ab. Schwalbe[1] hat auf Grund dieser Reaktion eine Methode zur quantitativen Bestimmung von Oxyzellulose ausgearbeitet; von der lufttrockenen Probe werden 2 bis 3 g eine Viertelstunde in 100 ccm Fehlingscher Lösung gekocht, nach Zufügung von Infusorienerde abgesaugt und ausgewaschen. Das abgeschiedene Kupferoxydul wird durch $^1/_4$stünd. Erwärmen mit 30 ccm 6,5proz. Salpetersäure gelöst, das Kupfer elektrolytisch bestimmt und auf 100 g Substanz als „Kupferzahl" berechnet. Da diese Bestimmung zeitraubend und umständlich ist, sind verschiedene vereinfachte Ausführungen vorgeschlagen worden, nach denen das abgeschiedene Kupferoxydul gelöst und mit Kaliumpermanganat titriert wird[2]. Das vereinfachte Verfahren von Braidy[3] bedient sich an Stelle der natron-alkalischen Seignettesalzlösung einer Soda-Bikarbonatmischung (50 g Natriumbikarbonat, 350 g krist. Natriumkarbonat auf 1 l Wasser), von der 95 ccm unmittelbar vor dem Gebrauch mit 5 ccm Kupfersulfatlösung (100 g krist. Kupfersulfat auf 1 l Wasser) vermischt, zum Sieden erhitzt und über 2,5 g der zu prüfenden Probe in einem wenig mehr als 100 ccm fassenden Erlenmeyerkolben gegossen wird; das gut verschlossene Gefäß wird 3 St. in kochendes Wasser getaucht, der Inhalt dann abgesaugt und die Probe erst mit verdünnter Sodalösung, dann mit heißem Wasser ausgewaschen. Das abgeschiedene Kupferoxydul wird auf dem Filter aus der Baumwolle mit 2mal 15 ccm Ferrisulfatlösung (100 g Ferrisulfat, 140 ccm konz. Schwefelsäure auf 1 l Wasser) herausgelöst, die Baumwolle mit doppeltnormaler Schwefelsäure nachgewaschen und die vereinigten Filtrate mit $n/_{25}$-Permanganatlösung titriert, von der 1 ccm etwa 2,5 mg reduziertem Kupfer entspricht. — Ein weiteres Verfahren ist von Dokkum[4] angegeben worden; 20 ccm Fehlingscher Lösung werden mit 60 ccm Wasser 15 Min. gekocht, nach dem Abkühlen 10 ccm 30proz. Jodkaliumlösung und 10 ccm 25proz. Schwefelsäure hinzugegeben und mit $n/_{10}$-Natriumthiosulfatlösung (Stärkelösung als Indikator) zurücktitriert (Blankoversuch). 2 g der Probe werden nun mit 60 ccm Wasser gekocht, nach dem Abkühlen 20 ccm Fehlingsche Lösung zugefügt, 15 Min. gekocht und abgekühlt. Es werden 10 ccm 30proz. Jodkaliumlösung, 10 ccm 25proz. Schwefelsäure und die beim Blankoversuch ermittelten Kubikzentimeter $n/_{10}$-Natriumthiosulfat hinzugefügt und darauf mit $n/_{10}$-Jodlösung titriert; 1 ccm $n/_{10}$-Jodlösung entspricht 6,33 mg Kupfer. — Da die Kupferzahlen je nach der Analysenmethode verschieden ausfallen[1], muß die Art der Bestimmung stets angegeben werden; rohe Baumwollgarne weisen Kupferzahlen von etwa 0,5 bis 1,0, gut gebeuchte und oxyzellulosefreie von etwa 0,03, stark oxyzellulosehaltige bis zu 4 auf.

Die Anwesenheit von Oxyzellulose macht sich ferner durch Vergilben beim Trocknen (1 St. bei 105 bis 110° im Trockenschrank) bemerkbar. Eine starke Vergilbung tritt auch bei $^1/_2$ bis 1stündigem Dämpfen bei 1 bis 2 Atm. ein, doch geben auch Pektinstoffe und andere Verunreinigungen ähnliche Gelb- bzw. Braunfärbung.

Eine besonders einfache Methode des Oxyzellulosenachweises ist ferner die Gelbfärbung beim Kochen mit 10proz. Natronlauge; bei stark oxyzellulosehaltiger Ware färbt sich auch die Lösung gelb. Es ist dabei zu beachten, daß hierbei auch evtl. anwesende Pektinstoffe eine ähnliche Färbung geben. Kauffmann[2] benutzt die Alkalilöslichkeit der Oxyzellulose zu einer quantitativen Bestimmungsmethode, die sich bei Baumwolle als zweckmäßig und leicht auszuführen erwiesen hat, sofern man für vorherige Entfernung von Fett, Pektinstoffen und Stärkeabbauprodukten, die das Ergebnis beeinflussen können, durch Extraktion mit Äther und Auskochen mit Wasser bzw. Diastaforbehandlung Sorge trägt. 1 g der trockenen bzw. 1,06 g der lufttrockenen Probe werden in einem Erlenmeyerkolben mit 150 ccm 3proz. Natronlauge genau $^1/_2$ Stunde gekocht; man filtriert nach dem Erkalten durch Glaswolle in einen 500-ccm-Meßkolben, wäscht sorgfältig nach und füllt bis zur Marke auf; 100 ccm der Lösung (bei stärkerer Gelbfärbung 50 ccm) werden herauspipettiert, mit 20 bis 40 ccm 10proz. Schwefelsäure und 20 ccm $n/_{10}$-Kaliumpermanganat versetzt und genau 10 Min. im Sieden erhalten. Nach Abkühlen auf 70° wird mit 20 bis 40 ccm 10proz. Schwefelsäure versetzt, mit 22 ccm $n/_{10}$-Oxalsäure entfärbt und mit $n/_{10}$-Kaliumpermanganat bis zur bleibenden Rosafärbung titriert. Der erhaltene Wert stellt nach Abzug der überschüssigen Kubikzentimeter $n/_{10}$-Oxalsäure (2 ccm), auf 500 ccm umgerechnet, die Abkochzahl der betr. Kochung dar. Da bei der ersten Kochung nicht sämtliche Oxyzellulose von der Faser abgelöst wird, müssen die Kochungen in gleicher Weise wiederholt werden, bis der Verbrauch an $n/_{10}$-Kaliumpermanganat konstant bleibt (Grundwert), wozu oft 6 und mehr Abkochungen erforderlich sind; dieser Grundwert ist vom Werte jeder Kochung abzuziehen, die Summe der korrigierten Werte ist die Abkochzahl. Für wissenschaftliche Untersuchungen hat Kauffmann[3] noch die Ermittlung der Sauerstoffzahl angegeben, d. i. die zur vollständigen Oxydation von 1 g des in konz. Schwefelsäure gelösten Materials erforderlichen Kubikzentimeter $n/_{10}$-Kaliumpermanganat. Für reine Zellulose beträgt die Sauerstoffzahl etwa 1470, für oxyzellulosehaltige Ware ist sie entsprechend niedriger; zieht man von der ermittelten Sauerstoffzahl die betr. Abkochzahl ab, so kann man, auf 1470 berechnet, den Prozentsatz an noch

[1] C. Schwalbe: Chemie der Zellulose, 1911, S. 625.

[2] Siehe z. B. Hägglund: Papierfabrikant 1919, S. 301; Knecht und Thompson: J. Soc. Dyers and Col. 1920, S. 255; Clibbens und Geake: Shirley Inst. Mem. 1924, S. 383; E. Benesch: Chem.-Zg. 1924, Nr. 141.

[3] Braidy: J. Text. Inst. 1924, T. 27.

[4] T. Dokkum: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 6.

[1] H. Korte: Melliand Textilber. 1925, H. 9.

[2] Kauffmann: Melliand Textilber. 1923, S. 333, 385.

[3] H. Kauffmann: Melliand Textilber. 1925, H. 8.

Digitized by Google

intakter Zellulose berechnen oder — als Differenz — den entsprechenden Oxyzellulosegehalt. Wie Angele[1] jedoch dargelegt hat, genügt für die Praxis der Baumwollbleicherei die einfache Ermittlung der ersten Abkochzahl; bei gut gebleichter Ware soll diese nicht größer als 10 bis 12, bei gut gebeuchter Ware nicht größer als 10 bis 15 sein.

Leider haftet allen quantitativen Oxyzellulosebestimmungen eine große Unsicherheit insofern an, als man nie wissen kann, ob nicht Teile der Oxyzellulose bereits durch irgendwelche Behandlung in Lösung gegangen sind und daher nicht mehr erfaßt werden können, und wie weit sich noch andere, sich gleichartig verhaltende Stoffe störend bemerkbar machen. Insbesondere trifft dies nach Kind[2] für die Flachsfaser zu, bei welcher infolge ihres Pektingehaltes Permanganatmethode und Kupferzahl nicht so zuverlässig sind wie bei Baumwolle. Aber auch bei letzterer sind falsche Werte durchaus denkbar, z. B. bei nach dem System der Mohrschen Kaltbleiche gebleichter Ware, die noch merkliche Mengen reduzierender und alkalilöslicher Verunreinigungen enthält. Man wird daher stets auch noch die Reißfestigkeit zur Beurteilung heranziehen müssen, und zwar — da die Abbauprodukte durch verklebende Wirkung eine höhere Festigkeit vortäuschen können — zweckmäßig nach einer vorhergehenden Sodaabkochung und möglichst im Vergleich zur Festigkeit der betreffenden Rohprobe.

Der Nachweis, worauf eine vorhandene Oxyzellulosebildung zurückzuführen ist, ist nur in den seltensten Fällen erfolgreich. Bleichmittelrückstände weist man an der mineralsauer gemachten Probe mit Jodkaliumstärkepapier oder Chlorzinkjodstärkelösung nach (Blaufärbung); ungelöst gebliebenen Bleichmittelteilchen (Chlorkalk, Perborat) zeigen sich durch punktförmige stärkere Anfärbung an. Nach Herbig[3] ist der Nachweis von freiem Chlor bei gechlorten Wäschestücken nur möglich, und zwar in den Nähten des Stoffes, wenn die Chlorbehandlung nicht länger als 3 Wochen zurückliegt. Katalyseschäden durch Metalle werden mit angesäuerter Ferrozyankalilösung nachgewiesen (Blaufärbung bei Eisen-, Braunfärbung bei Kupfersalzen), sind aber analytisch nicht mehr zu erfassen, wenn die Metallverunreinigungen im Verlauf des Bleichprozesses in Lösung gegangen sind.

Für den

Nachweis von Hydrozellulose

können dieselben Reaktionen wie für Oxyzellulose benutzt werden; dieser Umstand bedingt eine besondere Schwierigkeit beim Nachweis, ob es sich um Oxy- oder Hydrozellulose handelt. Im allgemeinen fallen die Reaktionen bei Hydrozellulose etwas schwächer als bei Oxyzellulose aus. Der sicherste Anhalt für das Vorliegen von Hydrozellulose dürfte darin zu finden sein, daß sich in der geschädigten Ware stets noch etwas freie Säure mit Lackmus oder Methylorange nachweisen läßt, — vorausgesetzt, daß diese durch Wäsche usw. nicht nachträglich entfernt worden ist. Das Vorliegen sehr geringer Mengen von Säure kann man nach Zänker und Schnabel[1] noch nachweisen, wenn man 2 bis 3 g des stark angefeuchteten Materials in einer Schale auf etwa 50% Feuchtigkeitsgehalt eindampft und unter der Presse mit violettem Lackmuspapier prüft. Ob die gefundene Säuremenge eine merkliche Schädigung herbeizuführen vermag, stellt man durch Festigkeitsprüfung der Probe vor und nach einstündigem Erhitzen auf 105 bis 110° fest.

Aus der Art der vorliegenden Säure und den besonderen Begleitumständen läßt sich ein gewisser Rückschluß auf die Ursache der Schädigung ziehen. Man hat vor allem nach Salzsäure, nachweisbar durch Silbernitratlösung, und Schwefelsäure, nachweisbar durch Bariumchloridlösung, und deren saure bzw. säureabspaltende Salze zu fahnden. Ist z. B. in einer Baumwollware die Schwächung vorwiegend in der Kettrichtung eingetreten und im wässerigen Auszug die Gegenwart von Chlor- und Magnesiumionen nachgewiesen worden, so dürfte die Schädigung durch hydrolytische Spaltung von aus der Schlichte stammendem Chlormagnesium beim Sengen eingetreten sein; steht die zugehörige Rohprobe zur Verfügung, so muß sich in dieser ebenfalls Chlormagnesium nachweisen lassen und beim heißfeuchten Bügeln oder Erhitzen auf 120° eine saure Reaktion und Festigkeitsverlust eintreten. — In $^1/_4$ gebleichten Leinengarnen deutet das gleichzeitige Auftreten einer Chlor- und einer Salzsäurereaktion, besonders wenn letztere nach längerem Erhitzen auf 120° verstärkt eintritt, auf das Vorhandensein von Chloreiweiß, das sich gegenüber Jodkaliumstärkepapier wie „aktives" Chlor verhält, zeigt mithin das Unterlassen einer Antichlorbehandlung an. — Der Zusammenhang von Stempelfarbe an einer morschen Stelle und einer sauren, meist von Salzsäure herrührenden Reaktion ergibt sich von selbst, ebenso zwischen Schwefelsäuregehalt und mit Säurefarbstoff gefärbter Wolle in Halbwollgeweben mit vermorschtem Baumwollgarn. — Beim Auftreten von Schwefelsäureionen im wässerigen Auszug geschädigter Kunstseide vergewissere man sich, ob Nitroseide vorliegt (Blaufärbung und Diphenylamin-Schwefelsäure); ist dies der Fall und ergibt die „Stabilitätsprobe" nach Heermann[2] an der sulfatfrei gewaschenen, luftgetrockneten Probe (1stündiges Erhitzen bei 135 bis 140°) weitere Schwächung und erneutes Auftreten schwefelsaurer Reaktion, so liegt zelluloseschwefelsäureesterhaltige Nitroseide vor. Gegebenenfalls ist mit Rücksicht auf die die Schwefelsäureabspaltung fördernde Wirkung organischer Säuren beim Griffigmachen, z. B. kunstseidener Strümpfe, die „verschärfte Stabilitätsprobe" nach Ristenpart[3] vorzunehmen (Tränken der Kunstseide mit 1proz. Essigsäure und Trocknen an der Luft vor der Versuchsausführung); Stadlinger[4] hält diese Prüfung jedoch für zu scharf und schlägt dafür

[1] Angele: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1925, H. 12.
[2] W. Kind: Dtsch. Leinen-Industrieller 1926, H. 51, 52; 1927, H. 1.
[3] W. Herbig: Färber-Ztg. 1913, S. 201.

[1] W. Zänker und Schnabel: Färber-Ztg. 1913, S. 260.
[2] P. Heermann: Mitt. Materialpr.-Amt 1910, H. 4; Färber-Ztg. 1913, H. 1.
[3] E. Ristenpart: Z. ges. Textilind. 1925, Nr. 42.
[4] H. Stadlinger: Melliand Textilber. 1926, H. 8/9.

Digitized by Google

seine „Appreturfestigkeitsprüfung" vor (Tränken mit 1proz. Essigsäure, 15 Min. auf 127° erhitzen). — Bei schwarzgefärbten Baumwollwaren kann die Schädigung durch den Färbeprozeß verschuldet sein; liegt Anilinschwarz vor (Erkennung: Chlorlösung von 1° Bé entfärbt nicht, färbt höchstens braun), so kann eine Vermürbung bei der Oxydation eingetreten sein, die dabei frei gewordene Salzsäure dürfte jedoch durch die nachfolgende Behandlung entfernt und nicht mehr nachweisbar sein. Kann man in Schwefelschwarzfärbungen (Erkennung: Chlorlösung von 1° Bé entfärbt fast vollständig) Schwefelsäure nachweisen und ergibt die sulfatfrei gewaschene Probe nach längerem Erhitzen auf 120° erneut das Vorhandensein freier Schwefelsäure, so ist als Ursache der Schädigung ein zur Autoxydation neigender Schwefelfarbstoff und die evtl. Unterlassung einer Bichromatnachbehandlung anzunehmen. —

Der Nachweis der durch

Licht- und Wetterschäden

entstandenen Photozellulose ist, da sie die gleichen Reaktionen wie die Oxyzellulose gibt, auf diesem Wege ebenfalls nicht eindeutig. Als Unterscheidungsmerkmal dient nach Kauffmann[1], sofern es sich um von Verunreinigungen freie Baumwolle handelt, nur die Sauerstoffzahl (s. oben), welche bei Photozellulose derjenigen von intakter Zellulose gleich, bei Oxyzellulose jedoch niedriger ist. In den meisten Fällen handelt es sich jedoch bei den dem Licht und der Witterung ausgesetzten Erzeugnissen, wie z. B. bei Wagenplanen, um Fasern im Rohzustand. Nach eigenen Untersuchungen[1] tritt die Schädigung zunächst nur an der dem Licht direkt zugewandt gewesenen Seite ein; Rohbaumwolle und Rohflachs zeigen, wenn sie durch Licht geschädigt sind, unter dem Mikroskop nicht mehr die für normale Fasern typischen Quellungserscheinungen mit Kupferoxydammoniak. Die verholzten Fasern Flachs, Hanf, Jute weisen ferner auf der licht- und wettergeschädigten Seite eine weitgehende Zerstörung der verholzten Bestandteile auf, wie sich durch schwächere Rotfärbung bzw. deren Ausbleiben beim Behandeln mit Phlorogluzin-Salzsäure nachweisen läßt. Im ultravioletten Licht der Analysen-Quarzlampe, dem die sichtbaren Lichtstrahlen durch ein Ultraviolettfilter entzogen sind, erscheinen bewetterte pflanzliche Faserstoffe in einem dunkelvioletten Farbton, wie er sonst bei Schädigungen durch Chemikalien usw. nicht beobachtet worden ist.

Erwähnt sei schließlich noch das mikroskopische Verfahren von Bright[2] zur Erkennung mechanischer und chemischer Schädigung an roher Baumwolle. Die angefeuchtete Faserprobe wird 5 Min. in 11proz. Natronlauge gelegt, nach dem Auswaschen 9 Min. mit 2proz. Kongorotlösung behandelt; nach erneutem gründlichem Auswaschen wird in 18proz. Natronlauge gelegt und mikroskopiert. Es tritt eine erhebliche tiefere Anfärbung überall dort ein, wo die Kutikula durch den mechanischen oder chemischen Angriff verletzt worden ist.

[1] H. Kauffmann: Melliand Textilber. 1926, H. 7.

[1] H. Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1927, H. 1—4.
[2] Th. B. Bright: J. Text. Inst. 1925, S. 396.

Zur Frage der Gleichmäßigkeitsprüfung von Gespinsten[1].

Von **H. Sommer.**

Für die Verarbeitung eines Garnes besitzt die Gleichmäßigkeit neben anderen wesentlichen Eigenschaften eine nicht zu unterschätzende Bedeutung. Jeder Spinnprozeß weist Unvollkommenheiten auf, die teils in der Arbeitsweise, im Zustand der Maschinen usw., teils in der besonderen Eigenart des Spinnstoffes ihre Ursache haben, so daß ein idealer Gleichmäßigkeitszustand nur in mehr oder weniger großer Annäherung erreicht wird. Der Weber ist wesentlich an der Kenntnis der auftretenden Abweichungen, die allgemein als Ungleichmäßigkeiten des Gespinstes bezeichnet werden, interessiert, und je nachdem, ob er auf das Äußere der Ware oder eine möglichst wirtschaftliche Verarbeitung durch Niedrighalten der Zahl der Fadenbrüche Rücksicht zu nehmen hat, wird er die Schwankungen in der Dicke oder die in der Festigkeit zu ermitteln und mit Hilfe von Erfahrungssätzen zu beurteilen suchen.

Die Gleichmäßigkeit in der Festigkeit

wird in der Regel aus einer größeren Reihe von Festigkeitsversuchen durch Berechnung der sog. „Ungleichmäßigkeit" bestimmt. Diese stellt die Differenz zwischen dem Mittelwert und dem Untermittel, d. i. das Mittel der unter dem Hauptmittelwert liegenden Werte, dar und wird in Prozenten des Hauptmittelwertes ausgedrückt. Marschik[1] zieht es vor, die „Gleichmäßigkeit" $= \frac{\text{Untermittel}}{\text{Mittel}}$ in Prozenten des Mittels zu berechnen; dieser Wert ist rechnerisch gleich 100 — „Ungleichmäßigkeit" in Prozenten. Daneben wird auch mitunter die Differenz des größten und des kleinsten Wertes oder die Differenz Obermittel—Untermittel zur Beurteilung herangezogen, wie denn überhaupt sowohl in der Versuchsausführung als auch in der Berechnungsweise so wenig Einheitlichkeit herrscht, daß es durchaus nicht verwunderlich erscheinen darf, wenn dasselbe Garn an verschiedenen Stellen auch ganz verschieden hinsichtlich seiner Gleichmäßigkeit beurteilt wird. So berichtete z. B. erst kürzlich A. Lange[2] von folgender Berechnung, deren sich ein Prüfamt bedient haben soll: Zunächst wurden die 100 Zerreißversuche in 10 Gruppen zu je 10 Versuchen unterteilt; für die Auswahl der Untermittelwerte wurde nun nicht etwa das Hauptmittel als maßgebend, sondern jeweils das Mittel aus den betr.

[1] Original: Spinner u. Weber 1926, Nr. 89.

[1] Marschik: Physikalisch-technische Untersuchungen von Geweben und Gespinsten. 1904.
[2] Lange: Zur Gleichmäßigkeitsprüfung von Gespinsten. Melliand Textilber. 1926, H. 2.

Digitized by Google

10 Versuchen herangezogen und für jede Zehnerreihe auf diesem Wege ein besonderes Untermittel gebildet. Die Mittelwerte der Zehnerreihen schwankten aber sehr beträchtlich, so daß die jeweiligen Untermittelwerte auf ganz verschiedene Werte, nicht aber — wie unbedingt erforderlich — auf eine gemeinsame Basis bezogen wurden. Das Mittel aus den 10 Untermittelwerten wurde nun für die Berechnung der Ungleichmäßigkeit verwendet; auf diese Weise berechnete das Prüfamt einen Ungleichmäßigkeitsgrad von 6,65%, während derselbe sich bei Berechnung ohne Unterteilung in je 10 Versuchen auf 9,64% stellte Das von jenem Prüfamt angewendete Verfahren ist durchaus willkürlich und entbehrt jeder logischen Grundlage; diese Berechnungsweise kann unmöglich verläßliche Werte liefern und ist daher zu verwerfen. Auch jedes andere Verfahren, das aus der Unterteilung in größere Gruppen eine Vereinfachung der rechnerischen Arbeit bezweckt, würde entweder denselben Fehler machen, daß die Häufigkeit des Vorkommens der einzelnen, durch das jeweilige Untermittel vertretenen Werte unberücksichtigt bliebe, oder lediglich einen Maßstab dafür abgeben, inwieweit die Mittel jener Untergruppen untereinander übereinstimmen.

Es erscheint infolge der Verwirrung, die noch immer auf diesem Prüfungsgebiete herrscht, durchaus angebracht, einige Betrachtungen darüber anzustellen, wie man zuverlässige Werte bei der Bestimmung des Ungleichmäßigkeitsgrades erhält.

Von einem Streuungsmaß, d. i. von einem die vorkommenden Abweichungen anzeigenden Maß, muß man verlangen, daß es 1. leicht verständlich und leicht zu berechnen ist und 2. alle beobachteten Werte möglichst genau erfaßt. Seine Berechnung stützt sich zweckmäßig auf das arithmetische Mittel, das der wahrscheinlichste der möglichen Mittelwerte einer Versuchsreihe ist.

Die erste Forderung wird von der bisher am häufigsten angewendeten, oben erwähnten „Ungleichmäßigkeit" (Mittel — Untermittel) gut erfüllt. Dieses Maß berücksichtigt jedoch nur die unter dem Mittel liegenden Werte, während doch zur Mittelbildung auch die darüberliegenden Werte voll berücksichtigt worden sind, so daß sich dieser Wert nicht mit der Differenz Obermittel — Mittel deckt, mit Ausnahme eines Sonderfalles, wenn nämlich die Zahl der über dem Mittel liegenden Werte gleich ist jener der darunterliegenden. Die „Ungleichmäßigkeit" genügt also der zweiten Forderung nicht. Roscher[1] hat zum Ausgleich die Bildung eines „Qualitätsmittels" $= \frac{\text{Obermittel} + \text{Untermittel}}{2}$ vorgeschlagen, auf welches nun die Differenz Obermittel — Qualitätsmittel = Qualitätsmittel — Untermittel bezogen werden soll. Aber auch diese Berechnungsweise enthält den grundsätzlichen Fehler, daß eine an sich unbegründete Verschiebung des arithmetischen Mittels erfolgt, noch dazu in der Richtung der geringeren Häufigkeit, während doch die am häufigsten vorkommenden Werte für den praktischen Gebrauch am meisten interessieren.

Ein einwandfreies Maß muß eben nicht nur die Größe, sondern auch die Häufigkeit des Vorkommens der einzelnen Abweichungen berücksichtigen. Das in wissenschaftlichen Arbeiten gebräuchliche Streuungsmaß, die Berechnung nach der Methode der kleinsten Quadrate

$$v = \pm\sqrt{\frac{\Sigma(\triangle^2)}{z}},$$

$\triangle$ = Differenz des Einzelwerts vom arithm. Mittel,
z = Gesamtzahl der Versuche

ist in dieser Hinsicht zwar genau, jedoch wegen der umständlichen Rechnung für den praktischen Gebrauch ungeeignet, es erfüllt nicht die erste Forderung. Man benutzt daher zweckmäßiger als Maß die mittlere (durchschnittliche) Abweichung aller Werte vom Mittel

$$w = \pm\frac{\Sigma(\triangle)}{z},$$

die — eine der Fehlertheorie entsprechende Verteilung vorausgesetzt — zu dem vorhergehenden Maß im Verhältnis $v = 1{,}25\,w$ steht.

Da auch die Bildung der einzelnen Differenzen oder die mitunter gebräuchliche Berechnung aus den auf das Mittel = 100 bezogenen Verhältniszahlen der einzelnen Werte[1] bei einer größeren Reihe von Versuchen sehr zeitraubend ist, hat Verfasser eine Formel abgeleitet[2], mit deren Hilfe die Berechnung der mittleren Abweichung in einfachster Weise aus der alten „Ungleichmäßigkeit" und der zur Bildung des Untermittels gehörenden Zahl der Werte ausgeführt werden kann. Diese Methode hat sich bei 1922/23 ausgeführten umfangreichen Untersuchungen von Jutegarnen[3] sowie bei anderen Untersuchungen bestens bewährt und wird seit längerer Zeit in der Abteilung für Papier und Textilien des Staatlichen Materialprüfungsamtes zu Berlin-Dahlem für die Ungleichmäßigkeitsberechnung allgemein angewendet.

Bezeichnet man

x = Differenz Obermittel — Mittel,
y = Differenz Mittel — Untermittel (= „Ungleichmäßigkeit"),
r = die einzelnen Differenzen der Oberwerte vom Mittel,
s = die einzelnen Differenzen der Unterwerte vom Mittel,
m = Zahl der Obermittelwerte,
n = Zahl der Untermittelwerte,
z = Gesamtzahl der Versuche,

so ist

$$x = \frac{\Sigma(r)}{m} \quad \text{und} \quad y = \frac{\Sigma(s)}{n};$$

$$\Sigma(r) = m \cdot x, \qquad \Sigma(s) = n \cdot y$$

und da nach den Bedingungen der Mittelwertbildung $\Sigma(r) = \Sigma(s)$ ist, so berechnet sich die mittlere Abweichung

$$w = \pm\frac{\Sigma(r) + \Sigma(s)}{m + n} = \pm\frac{m \cdot x + n \cdot y}{z}$$

$$= \pm\frac{2m \cdot x}{z} = \pm\frac{2n \cdot y}{z}.$$

[1] Roscher: Qualitätsurteile über Baumwollgarn. Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1921, H. 11.

[1] Martens: Über den Zuverlässigkeitsgrad von Festigkeitsversuchen. Mitt. Materialpr.-Amt 1911, H. 5.

[2] Sommer: Über die Ungleichmäßigkeit bei Garnen. Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1924, H. 2/3; Mitt. Materialpr.-Amt 1924, H. 1/2.

[3] Sommer: Untersuchungen über den Einfluß des Einkardenspinnverfahrens in der Juteindustrie. Halle: Wilh. Knapp 1924.

Digitized by Google

Ein besonderer Vorteil ist hierbei, daß durch entsprechende Berechnung mit Hilfe des Obermittels die Richtigkeit dieser Rechnung, wie der Mittel-, Obermittel- und Untermittelwertsbildung, nachgeprüft werden kann. Für die praktische Berechnung lautet demnach der Ansatz für den wahren Ungleichmäßigkeitsgrad = mittlere Abweichung

$$w = \pm \frac{2 \times \text{Zahl der Untermittelwerte} \times \text{„Ungleichmäßigkeit“ in \%}}{\text{Gesamtzahl der Versuche}} \%.$$

Es könnte nun eingewendet werden, daß für den praktischen Gebrauch doch nur die Kenntnis der schwachen Stellen eines Gespinstes interessiert, und daß daher die Berechnung der alten „Ungleichmäßigkeit“ zu Recht bestehe. Dem ist jedoch entgegenzuhalten, daß in diesem Fall die Wahl des arithmetischen Mittels als Grundlage für die Berechnung vollkommen verfehlt ist; man müßte doch dann zum mindesten für die Beurteilung nicht das arithmetische Mittel, sondern die Gebrauchsspannung zugrunde legen. Es gibt in der Tat zur einwandfreien Beurteilung nur die beiden Wege: entweder man beurteilt das Gespinst nach sämtlichen in ihm auftretenden Schwankungen, also mit Hilfe der „mittleren Abweichung“, oder man legt die Gebrauchsspannung zugrunde und ermittelt die prozentuale Menge schwacher Stellen. Für das letztere Verfahren ist die Hinzuziehung einer graphischen Darstellung der Verteilung der Abweichung zweckmäßig, wie ich sie früher angegeben habe[1]. Denkt man sich die ermittelten Werte nebeneinander, der Größe nach geordnet, in einem Koordinatensystem aufgetragen, wie dies beispielsweise in obiger Abbildung geschehen ist, so gibt die mittlere Höhe der von der Kurve eingeschlossenen Fläche den = 100 gesetzten Mittelwert an. Die Kurve *ABC* schneidet die zur Abszisse (*z*) parallele Mittellinie *DBE* im Punkt *B*; die Strecke *DB* entspricht der Zahl der Obermittelwerte *m*, die Strecke *BE* die der Untermittelwerte *n*, während die Strecke *DBE* = *DB* + *BE* die Gesamtzahl der Werte *z* (= 100 gesetzt) angibt. Bei gleichmäßiger Verteilung der Zahl der Werte über und unter dem Mittel müßte die Kurve durch *M* gehen, den Schnittpunkt der Mittellinie *DBE* mit dem auf der Mitte (= 50) der Grundlinie errichteten Senkrechten; letztere ergibt im Schnittpunkt mit der Kurve *ABC* den sog. Zentralwert, dessen Verhältnis zum arithmetischen Mittel vielfach als Maß der Asymmetrie der Reihe angesehen wird. Der größte (*A*) und der kleinste Wert (*C*) sind kenntlich gemacht. Will man nun die Zahl der unter der Gebrauchsspannung liegenden Werte ermitteln, so berechnet man diese Gebrauchsspannung in Prozenten des Mittels, sucht diese Zahl auf der Ordinate (*P*) auf und zieht eine Parallele zur Grundlinie bis zum Schnittpunkt mit der Kurve *ABC* und zieht von diesem eine Senkrechte zur Grundlinie (*Z*), auf welcher dann die Differenz bis zu 100 die Menge der schwachen Stellen angibt.

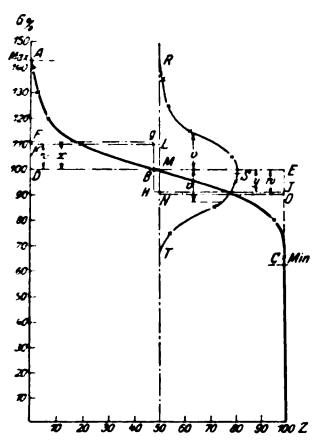


Abb. 1.

Mit Hilfe dieser graphischen Darstellung kann übrigens gleichfalls der Beweis für die Richtigkeit der oben angeführten Formel für die mittlere Abweichung erbracht werden[1]. Aus der Kurve *ABC* kann man ferner durch graphische Differentiation eine Häufigkeitskurve *RST* ableiten; der am häufigsten vorkommende (dichteste) Wert *S* ist ohne weiteres abzulesen. Solche Häufigkeitskurven sind mehr oder minder vollkommene Verwirklichungen einer idealen Fehlerkurve, die dem Material eigen ist; eine solche symmetrische Anordnung der Häufigkeitskurve tritt aber nur bei homogenem Material auf. Bei inhomogenem Material bedingt das Zusammentreffen mehrerer Eigenschaften, das Auftreten verschiedener störender Einflüsse, Abweichungen von der normalen Form. Diese durch mehr als ein Dichtemaximum gekennzeichneten asymmetrischen Häufigkeitskurven kann man sich aus zwei und mehr Normalkurven zusammengesetzt denken, die den einzelnen Eigenschaften zukommen. Den Häufigkeitskurven und Dichtestellen kommt für die vergleichende Beurteilung von Materialien, wie die noch junge „Großzahlforschung“[2] beweist, eine besondere Bedeutung zu; auch die Textilprüfung kann sich ihrer, wenn es sich um umfangreiche vergleichende Untersuchungen handelt, mit Vorteil bedienen[1].

Die Aufstellung der Kurve *ABC* aus den Einzelwerten ist natürlich zu zeitraubend. Man geht daher zweckmäßig so vor, daß man um gleichmäßige prozentuale Beträge (z. B. 5%) vom Mittel nach oben und unten abweichende „Klassen“ bildet und sich die Werte für die oberste und unterste Grenze jeder Klasse ausrechnet; durch Auszählen der in die jeweilige Klasse gehörenden Werte stellt man die betr. „Häufigkeitszahl“ fest, mit deren Hilfe man dann leicht die Kurve *ABC* wie auch die Häufigkeitskurve aufzeichnen kann. Meist genügt auch schon die zahlenmäßige Aufstellung der Häufigkeitszahlen, um daraus die notwendigen Schlüsse ziehen zu können.

Bei der vergleichenden Beurteilung der Festigkeitswerte von Garnen wird man also das arithmetische Mittel allein nicht entscheiden lassen; man wird vielmehr demjenigen Garn den Vorzug geben, dessen Versuchsreihen neben einem genügenden Mittelwert die geringste Variationsbreite (Differenz des größten und kleinsten Wertes) und die kleinste mittlere Abweichung besitzt. Werden auch durch diese Maße noch nicht alle Zweifel beseitigt, so kann die Häufigkeitskurve wertvolle Aufschlüsse liefern. Je symmetrischer diese ausgebildet ist, und je mehr sich ein ausgesprochenes Dichtemaximum dem arithmetischen Mittel nähert, desto besser das Garn. Häufig wird man bei Garnen als inhomogenen Gebilden zwei Dichtemaxima finden, deren Auftreten auf zwei Einflüsse zurückzuführen ist, auf ungleichen Verzug (Dickenschwankung) und wechselnde Größe der Faser-

[1] Siehe Anm. 2, S. 56.

[1] Siehe Anm. 2, S. 56.

[2] Daeves: Großzahlforschung. Bericht der Fachausschüsse der Ver. dtsch. Eisenhüttenleute, Werkstoffausschuß Nr. 43, April 1924.

Digitized by Google

reibung (Drehungsschwankung). Schließlich kann an der Kurve *ABC* für jede beliebige Beanspruchung des Garnes die prozentuale Menge schwacher Stellen ermittelt werden, welche dieser Beanspruchung nicht gewachsen sind und unter diesen Bedingungen beim praktischen Gebrauch reißen.

Es erscheint noch notwendig, auf einen Umstand von grundsätzlicher Bedeutung hinzuweisen, der meines Erachtens noch viel zu wenig bei derartigen Prüfungen beachtet wird. Jede Bestimmung des Ungleichmäßigkeitsgrades und seine Beurteilung nach irgendwelchen aufgestellten Normen ist wertlos, wenn nicht allgemeingültige Versuchsbedingungen eingehalten werden, die den Vergleich von an verschiedenen Orten und zu verschiedenen Zeiten geprüften Garnen gestattet. Wenn auch erfreulicherweise auf einigen Gebieten der Textilprüfung Ansätze zur Vereinheitlichung der Versuchsausführung und der Beurteilung der Versuchsergebnisse schon vorhanden sind (z. B. Normen für die Echtheitsprüfung von Färbungen), so hat doch auf anderen Gebieten in dieser Beziehung noch vieles zu geschehen. Hierzu gehört auch eine einheitliche Regelung der Ausführung und Auswertung von Festigkeitsversuchen und der Bestimmung des Ungleichmäßigkeitsgrades. Solange jedoch hierfür allgemeingültige Normen nicht aufgestellt sind, ist zum mindesten stets die genaue Angabe der jeweiligen Versuchsbedingungen erforderlich. Denn Zahl der Versuche, Zerreißgeschwindigkeit, Feuchtigkeitsgehalt und freie Einspannlänge sind von nicht zu unterschätzendem Einfluß auf die Zugfestigkeit, und da der Ungleichmäßigkeitsgrad in Prozenten des Mittels ausgedrückt wird, erhält man bei verschiedenartiger Ausführung schon rein rechnerisch merkliche Abweichungen.

Die Zahl der Versuche muß so groß sein, daß alle überhaupt in dem Garn vorkommenden Abweichungen auch wirklich, und zwar im richtigen Verhältnis zueinander, erfaßt werden; die Versuchszahl kann als genügend groß angesehen werden, wenn der wahrscheinliche Fehler des arithmetischen Mittels nicht mehr als 1 bis 2% beträgt. Letzteren berechnet man am einfachsten nach der a. a. O. angegebenen Formel[1]

$$f = \pm \frac{1{,}25 \cdot w}{1{,}48\sqrt{z-1}},$$

worin w die mittlere Abweichung, z die Gesamtversuchszahl bedeuten Die Rechnung ergibt z. B. für einige Werte von w folgende Aufstellung:

Zahl der Versuche	Wahrscheinlicher Fehler des arithmetischen Mittels $f \pm$% bei einer mittleren Abweichung w von			
z	±5%	±10%	±15%	±20%
10	1,41	2,82	4,23	5,63
20	0,97	1,94	2,91	3,88
50	0,60	1,21	1,81	2,42
100	0,42	0,85	1,27	1,70
200	0,30	0,60	0,90	1,20
500	0,19	0,38	0,58	0,76
1000	0,13	0,27	0,40	0,54

Da die Zahl der erforderlichen Versuche mit der Zunahme von w ungeheuer wächst, kann mit Rücksicht auf die praktische Ausführbarkeit eine Genauigkeit von $f = \pm 1 - 2\%$ als angemessen angesehen werden. Auf dieser Grundlage und mit Hilfe der weiter unten angegebenen Erfahrungssätzen für die mittlere Abweichung ergeben sich folgende ungefähre Werte für die erforderliche Mindestanzahl von Versuchen:

bei	Zahl der Versuche z			
	sehr gleichmäßige Garne	gleichmäßige Garne	minder gleichmäßige Garne	ungleichmäßige Garne
Baumwollgarnen .	15	30	75	100
Bastfasergarnen . (Flachs, Hanf, Jute)	50	100	150	200
Naturseide . . .	15	30	75	100
Kunstseide . . .	10	20	50	75

Eine größere Versuchszahl würde einen Mehraufwand an Arbeit erfordern, der in keinem Verhältnis zu der erzielten größeren Genauigkeit steht.

Auch die freie Einspannlänge hat einen direkten Einfluß auf die Größe des Ungleichmäßigkeitsgrades. Bei geringer Einspannlänge werden bei der Prüfung sowohl starke als auch schwache Stellen erfaßt werden, es werden sich verhältnismäßig große Schwankungen ergeben. Mit zunehmender Einspannlänge wird dagegen in steigendem Maße nur die Festigkeit der schwächsten Stellen ermittelt, und entsprechend muß sich auch für den Ungleichmäßigkeitsgrad ein geringerer Wert finden. An zwei Beispielen soll dieser Einfluß verdeutlicht werden; die Bestimmung erfolgte bei 65% Luftfeuchtigkeit und einer Zerreißgeschwindigkeit von 100 mm/Min. unterem Klemmenweg mit einem Schopperschen Festigkeitsprüfer; es wurden jeweils 100 Versuche ausgeführt:

Einspannlänge in Millimeter	Ungleichmäßigkeitsgrad (mittlere Abweichung)	
	Jutegarn Nr. 6 engl. ss ±%	Baumwollzwirn 6 fach ±%
1	24,80	—
20	18,46	10,72
100	18,18	8,06
200	16,74	6,08
500	15,54	5,40
1000	13,99	—

Da die bei verschiedenen Einspannlängen erhaltenen Ungleichmäßigkeitsgrade nicht in einem für alle Fälle gültigen Verhältnis zueinander stehen, dieses vielmehr auch von Faserlänge, Drehung u. a. abhängig ist, so erscheint es zweckmäßig, solche Prüfungen stets mit einer bestimmten, als Norm anzunehmenden Einspannlänge auszuführen. Als solche kommt die den praktischen Bedürfnissen am besten angepaßte freie Einspannlänge von 500 mm in Betracht.

Zum Schluß wäre noch die Frage aufzuwerfen, nach welchen Normen die Beurteilung des Ungleichmäßigkeitsgrades vorzunehmen ist. Bei der Aufstellung derartiger Normen wird es notwendig sein, der Eigenart des Materials und des Spinnprozesses Rechnung zu tragen. Es ist leicht einzusehen, daß man z. B. von Bastfasergarnen, prozentual ausgedrückt, nicht dieselbe

[1] Sommer: Über die Festigkeitseigenschaften der Jute. Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1924, H. 10.

Digitized by Google

Gleichmäßigkeit wie bei Baumwollgarnen voraussetzen kann. Nach den bisher vorliegenden Erfahrungen wird man ungefähr mit folgender Einteilung rechnen können:

Beurteilung	Ungleichmäßigkeitsgrad = mittlere Abweichung (± Prozent des Mittelwerts)				
	Baumwollgarne[1]	Bastfasergarne[2]	Seide	Kunstseide	Kamm- und Streichgarne
Sehr gleichmäßig	bis 5	bis 12	bis 5	bis 3	Hinreichende Erfahrungssätze liegen zur Zeit noch nicht vor
Gleichmäßig	5 „ 8	12 „ 16	5 „ 8	3 „ 6	
Minder gleichmäßig	8 „ 12	16 „ 20	8 „ 12	6 „ 10	
Ungleichmäßig	über 12	über 20	über 12	über 10	

An Hand eines größeren Erfahrungsmaterials, das möglichst von verschiedenen Seiten zusammengetragen werden mußte, dürften sich hierfür mit der Zeit brauchbare Normen aufstellen lassen.

Erwähnt sei noch ein neuerdings von Rudolph[3] gemachter Vorschlag, der unter Benutzung des oben beschriebenen Verfahrens einer tabellarischen oder graphischen Aufstellung der Häufigkeitswerte die Gleichmäßigkeit eines Gespinstes nach der Zahl der innerhalb einer auf den Mittelwert bezogenen Toleranzgrenze fallenden Werte bemessen und in Beziehung zur Sollfestigkeit bringen will. An und für sich dürfte auch dieses Verfahren eine Beurteilung der Gleichmäßigkeit in praktisch befriedigender Weise gestatten. Zunächst fehlen aber noch jegliche Normen für die Sollfestigkeit der verschiedenen Gespinstarten und die den praktischen Erfordernissen anzupassenden Toleranzen. Da die Aufstellung solcher Normen mit einem außerordentlich großen Arbeits- und Zeitaufwand verknüpft ist, dürfte sich dieser Vorschlag in absehbarer Zeit noch nicht verwirklichen lassen.

Zur Bestimmung der

Gleichförmigkeit in der Dicke

werden meist einfache Fadenkontrollvorrichtungen verwendet, die aus einer kontrastfarbigen Tafel bestehen, auf welche das bei jeder Umdrehung um ein gleiches Stück seitlich fortbewegte Garn aufgewickelt wird. Die Ungleichmäßigkeit wird nach dem Aussehen, nach dem Vorkommen schnittiger Stellen und Noppen im Vergleich zu einem anderen Garn durch subjektive Schätzung beurteilt.

Im Bestreben nach einer möglichst objektiven zahlenmäßigen Bewertung der Ungleichmäßigkeit sind ferner einige andere Verfahren zur fortlaufenden Dickenmessung ersonnen worden. Die Mikrometerschraube oder das Messen unter dem Mikroskop kommen wegen zu geringer Genauigkeit nicht ernstlich in Frage. Der Garnqualitätsprüfer von Ed. Herzog und der Meßapparat von A. E. Oxley[4] haben den Nachteil, daß auf das Garn ein relativ großer Druck ausgeübt wird, wodurch das Garn mehr oder weniger flachgedrückt und die Messung fehlerhaft wird. Diesen Nachteil vermeidet der Meßapparat von W. Frenzel[1] durch Anwendung eines sehr leichten Fühlhebels. Allen diesen Verfahren ist aber gemeinsam, daß die Dicke nur in einer Richtung gemessen wird, während es doch richtiger auf die Ermittelung der tatsächlichen Querschnittsfläche, etwa mit einer Vorrichtung nach Art der Irisblende, ankommt. Für eine direkte Querschnittsflächenmessung ist wohl der Stapelmeßapparat von E. Müller[2] geeignet, ebenso der auf dem gleichen Prinzip beruhende Dickenmesser von A. Wickardt[3], doch dürften auch bei Einhaltung eines bestimmten spezifischen Druckes die Schwankungen in der Drehung, die Steifigkeit der Fasern u. a. von Einfluß auf die Messung sein. Das Problem der automatischen Ungleichmäßigkeitsbestimmung aus der Dicke ist demnach noch nicht restlos gelöst.

Eine andere zahlenmäßige Werte liefernde Methode ist das Wägeverfahren, welches den vom Praktiker besonders geschätzten Vorteil hat, daß hierzu keine Spezialapparate erforderlich sind, sondern lediglich eine wohl überall in größeren Betrieben anzutreffende möglichst empfindliche (chemische) Wage. Eine größere Anzahl fortlaufend entnommener Garnstücke von genau gleicher Länge werden einzeln gewogen, und aus Mittel und Untermittel dieser Werte wird die „Ungleichmäßigkeit" berechnet. Wiederholt man den Versuch, indem man eine andere Meßlänge für die Stücke wählt, so läßt sich auf diese Weise ein Überblick über die gesamte Ungleichmäßigkeit eines Garnes gewinnen. Die Meßlänge wählt man zweckmäßig 10 m, 1 m und 0,1 m.

Diese Bestimmung läßt sich nun nach einem schnellen aber nicht minder genauen Verfahren des Verfassers vornehmen, ohne die sehr zeitraubenden Einzelwägungen auszuführen[4]. Man bestimmt aus dem Gesamtgewicht G der z-Garnstücke das Mittelgewicht g_m und stellt dieses auf einer empfindlichen Wage ein. Nun werden sämtliche Stücke einzeln lediglich darauf geprüft, ob sie leichter oder schwerer als dieses Mittelgewicht sind (eine vollständige Wägung findet nicht statt) und entsprechend sortiert. Darauf wird Anzahl (m bzw. n) und Gesamtgewicht (G_0 bzw. G_u) der Über- und Untergewichte genau festgestellt und das Ober- und Untermittel berechnet:

$$\text{Obermittel } g_0 = \frac{G_0}{m},$$

$$\text{Untermittel } g_u = \frac{G_u}{n},$$

$$\text{Mittel } g_m = \frac{G}{z} = \frac{G_o + G_u}{m + n} \text{ (Kontrolle).}$$

Nach dem früheren berechnet sich dann

$$\text{Mittel} - \text{Untermittel} = \text{„Ungleichmäßigkeit"}$$

$$= y\% = \frac{g_m - g_u}{g_m} \cdot 100\%.$$

$$\text{Mittlere Abweichung } w = \pm \frac{2n \cdot y}{z}\ \%.$$

Sämtliche Wägungen müssen bei derselben Luftfeuchtigkeit ausgeführt werden.

[1] Die von Johannsen aufgestellten Werte können übernommen werden.
[2] Flachs, Hanf, Jute.
[3] Rudolph: Der Dtsch. Leinen-Industrielle 1927, H. 16.
[4] Oxley: J. Text. Ind. 1922, H. 2.

[1] Frenzel: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1922, H. 9.
[2] Müller: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1923, H. 7.
[3] Wickardt: Melliand Textilber. 1920. S. 253.
[4] Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1924, H. 2/3.

Digitized by Google

Hat man das Mittelgewicht g_m festgestellt, so kann man sich leicht auch Aufschluß über die Verteilung der Häufigkeit der einzelnen Abweichungen verschaffen. Stellt man auf der Wage nacheinander Gewichte ein, die fortlaufend um einen bestimmten prozentualen Betrag (z. B. je 5 oder 10%) des Mittelwerts voneinander abweichen, und sortiert man die jeweils schwereren bzw. leichteren Garnstücke aus, so läßt sich mit Hilfe der auf diese Weise für jede Gewichtsklasse ermittelten Häufigkeitszahlen leicht die Kurve zeichnen, welche die Gewichte ihrer Größe nach geordnet enthält, und ebenso die zugehörige Häufigkeitskurve. Die graphischen Darstellungen sind besonders für einen übersichtlichen Vergleich einer größeren Zahl von Garnen wertvoll.

Die technologischen Eigenschaften der nach dem Einkardenverfahren hergestellten Jutegarne[1].

Von **H. Sommer.**

Unter den Vorschlägen, die eine Herabsetzung der Herstellungskosten durch Verbesserung der Produktionsverfahren bezwecken, hat ein von Direktor H. Deppermann vor einigen Jahren angeregtes Verfahren zur Vereinfachung der bisherigen Kardierungsmethode der Jutefaser praktische Bedeutung erlangt[2]. Von der Verarbeitung eines der Jute ähnlichen Materials, der Flachshede, ausgehend, die allgemein nur auf einer Karde in einem Arbeitsgang erfolgt, hielt es Deppermann für erreichbar, auch die Jute — statt sie der bisher üblichen zweimaligen Kardierung auf Vor- und Feinkarde zu unterwerfen — nur einmal, und zwar auf einer entsprechend abgeänderten Karde für den Spinnprozeß vorzubereiten.

Als Deppermann im November 1921 in einer Sitzung des Fachausschusses für Textilindustrie der Brennkrafttechnischen Gesellschaft, E. V., Berlin, erstmalig seine Idee vortrug, war man sich darüber einig, daß die Einführung eines vereinfachten und mit nicht unbedeutenden Ersparnissen verbundenen Verfahrens nur dann zu rechtfertigen ist, wenn hierbei die Qualität der Erzeugnisse nicht oder nur so unwesentlich gemindert wird, daß dies gegenüber den wirtschaftlichen Vorteilen nicht ins Gewicht fällt. Verfasser hat damals mit Unterstützung der Brennkrafttechnischen Gesellschaft den Versuch unternommen, durch umfangreiche, in den Jahren 1922/1923 ausgeführte vergleichende Untersuchungen ein objektives Urteil über die praktische Brauchbarkeit des vorgeschlagenen Verfahrens zu gewinnen. Im nachfolgenden sei eine kurze Übersicht über die wichtigsten Ergebnisse jener Untersuchungen gegeben.

Die Spinnversuche wurden in zwei verschiedenen Spinnereien in Gegenwart des Verfassers ausgeführt. In den Bereich der Untersuchungen wurden einbezogen:

1. das alte (Zweikarden-)Spinnverfahren mit aufeinanderfolgender Kardierung auf Vor- und Feinkarde,
2. das neue (Einkarden-)Spinnverfahren unter Benutzung einer Vorkarde,
3. das neue (Einkarden-)Spinnverfahren unter Benutzung einer abgeänderten Feinkarde.

Für alle drei Verfahren eines jeden Garnes wurden die gleichen Sorten Rohjute in gleicher Mischung verwendet, welche in der gleichen Weise dem Batschprozeß unterworfen wurden. Nach dem vom Verfasser aufgestellten Arbeitsplan wurden die von den Karden kommenden, annähernd gleich starken Bänder auf denselben Strecken und Vorspinnmaschinen mit gleichen Vorzügen und Douplierungen weiter verarbeitet und auf den gleichen Spindeln derselben Feinspinnmaschine fertiggesponnen, um alle Einflüsse auszuschalten, die durch Verschiedenartigkeiten in der Arbeitsweise einzelner Teile der Maschinen entstehen könnten.

Über den Verlauf des Spinnens ist mitzuteilen, daß sich bei keinem der drei Verfahren irgendwelche Ausstände ergaben. Die Kardenbänder des Einkardenverfahrens hatten längere Fasern, waren nicht so wollig und zeigten daher einen besseren Glanz als die Feinkardenbänder der Doppelkardierung, die Faserlage war eine besser geordnete, parallele. Die Strecken wurden anstandslos passiert, auf der Vor- und Feinspinnmaschine ging der Spinnprozeß glatt und mit weniger Fadenbrüchen als bei den zweimal kardierten Garnen vor sich, und es wurde ein äußerlich gleichmäßig aussehendes, vollrundes, glänzendes Garn ohne Nester erhalten.

Für die Untersuchungen wurden die gängigsten zur Zeit der Versuche in den betreffenden Betrieben hergestellten Nummern und Qualitäten ausgesucht. Im ganzen wurden 23 Garne mit sämtlichen zugehörigen Karden- und Streckenbändern sowie Vorgarnen der vergleichenden Prüfung unterzogen. An dieser Stelle interessieren jedoch nur die Ergebnisse der Fertiggespinste, und zwar bezüglich der wesentlichsten Eigenschaften, die für die Beurteilung der Güte der Jutegarne heranzuziehen waren: 1. mittlere Faserlänge und Faserlage und der zu ihnen in Beziehung stehenden, 2. Gleichmäßigkeit in der Nummer und 3. Festigkeit. Um eine zahlenmäßige Gegenüberstellung des alten und neuen Verfahrens zu ermöglichen, ohne durch umfangreiches Zahlenmaterial die Übersicht zu erschweren, sind nachstehend nur die Gesamtdurchschnittswerte für die geprüften Kett- und Schußgarne Nr. $5^1/_2$ und 6 angegeben worden, wobei noch zu bemerken ist, daß im allgemeinen von den Einkardengarnen die auf der Vorkarde kardierten bessere Ergebnisse zeitigten als die auf der Feinkarde kardierten, und daß die Unterschiede gegenüber dem Zweikardenverfahren im allgemeinen bei den Schußgarnen etwas größer waren als bei den Kettgarnen. Bei den gröberen Nummern und Abfallgarnen waren die Verhältnisse entsprechend. Mit Rücksicht auf die bekannte große Ungleichmäßigkeit der Jutegarne ist die Zahl der Einzelversuche möglichst groß gewählt worden — es sind z. B. zur Bestimmung der Gleichmäßigkeit insgesamt etwa 10000, zur Bestimmung der

[1] Original: Der Dtsch. Leinen-Industrielle 1926, H. 48.

[2] H. Deppermann und C. Landwehr: D. R. P. 376863 vom 26. Februar 1922.

Digitized by Google

Festigkeit insgesamt etwa 3600 Einzelversuche ausgeführt worden —, so daß die angegebenen Mittelwerte keine Zufallswerte darstellen. Hinsichtlich der Prüfungsverfahren, die der Eigenart des Materials angepaßt und erweitert worden sind, und der Einzelheiten der Versuchsergebnisse sei auf die mit Tabellenmaterial und graphischen Darstellungen reichlich versehene Originalabhandlung[1] hingewiesen.

1. Die mittlere Faserlänge eines Gespinstes ist für seine Festigkeitseigenschaften von Bedeutung. Nicht minder wichtig ist aber auch das Mengenverhältnis der Faserlängen in den verschiedenen Verarbeitungsstufen für die Gleichmäßigkeit des Garnes. Da die Klemmpunktentfernungen an den Strecken usw. der Stapellänge (des sonst eintretenden Zerreißens wegen) angepaßt sein müssen, werden um so mehr freie Fasern zwischen ihnen liegen, je weniger gleichmäßig das Fasergut in der Faserlänge ist. Je nachdem die freien Fasern gerade mit (langsamer) nachschiebenden oder (schneller) abziehenden längeren Fasern verbunden sind, tritt ein Anhäufen nach rückwärts oder vorne ein. Je mehr kurze Fasern infolgedessen quergelegt und angehäuft werden, um so ungleicher wird der Verzug; im Feingarn bilden sie schließlich die dicken Stellen, Knoten, Nester, die bei Jutegarnen verhältnismäßig häufig anzutreffen sind.

Mit Hilfe der Müllerschen Faserbartmethode und der nach besonderem Verfahren aufgestellten Stapeldiagramme ergab sich, daß allgemein Stapel (Mittel der längsten Fasern), mittlere Faserlänge im Querschnitt und wirkliche Faserlänge des Gespinstes im Verlaufe des Spinnprozesses dauernd abnehmen; von der Verkürzung werden hauptsächlich nur die in geringem Anteil vorkommenden längsten Fasern betroffen. Die mittlere Faserlänge im Querschnitt nimmt entsprechend der längsten Faser im Verlauf des Spinnprozesses um rund 30% beim Zweikarden- und rund 20% beim Einkardenverfahren ab; die Abnahme der wirklichen mittleren Faserlänge des Gespinstes beträgt ebenfalls rund 20%. Die Verteilung der Faserlängen (ihre Häufigkeit) ist bei den beiden Verfahren nicht wesentlich verschieden, die Streuung beim Einkardenverfahren etwas kleiner. Die Menge an Verunreinigungen (Wurzel-, Staub- und kürzeste Faserteilchen) ist beim Einkardenverfahren eher etwas kleiner als beim Zweikardenverfahren, und Unterschiede im Grade der Faseraufteilung sind zwischen beiden Verfahren nicht vorhanden. Betrachtet man die Durchschnittswerte der Feingarne Nr. $5^1/_2$ und 6, so kann gesagt werden, daß wesentliche Unterschiede zwischen beiden Verfahren nicht bestehen. Das Einkardenverfahren liefert etwas längere Fasern, im allgemeinen läßt sich aber durch geeignete Arbeitsweise auch auf einer Karde die gleiche Verkürzung erzielen wie beim Zweikardenverfahren.

	2 × kardiert	1 × kardiert
Stapel . . . . . mm	233	227
Mittlere Faserlänge im Querschnitt „	102	105
Wirkliche mittlere Faserlänge des Gespinstes . . . . . „	68,5	69,5
Streuung in der Faserlänge . . . %	73,5	71,5

[1] H. Sommer: Untersuchungen über den Einfluß des Einkardenspinnverfahrens in der Juteindustrie auf die hergestellten Erzeugnisse und die Wirtschaftlichkeit des Betriebssystems. Halle: Wilh. Knapp 1924.

II. Gleichmäßigkeit (Nummerschwankungen). Im vorliegenden Fall galt es, durch Vergleich festzustellen, ob der Wegfall der 12fachen Douplierung an der Feinkarde von nachteiliger Wirkung auf die Gleichmäßigkeit des Feingarnes ist. Die Bestimmung wurde einerseits durch Aufwickeln der Garne auf schwarze Tafeln, andererseits mit Hilfe des Garnqualitätsprüfapparates von Ed. Herzog vorgenommen. Da diese Verfahren jedoch keine ganz einwandfreien, zahlenmäßig vergleichbaren Werte liefern, wurden die Untersuchungen in ausführlicher Weise nach dem bekannten Wägeverfahren unter Zugrundelegung verschiedener Garnlängen wiederholt, für welches eine vereinfachte zeitsparende Ausführungsweise gefunden wurde[1]. Als Durchschnittswerte für die Garne Nr. $5^1/_2$ und 6 wurden ermittelt:

2 × kardiert Garnlänge	10 m	1 m	0,1 m
Differenz des größten und kleinsten Wertes . . . . . %	36,5	88,5	175
Mittlere Abweichung . . . . ± %	7,0	13,6	20,9
1 × kardiert			
Differenz des größten und kleinsten Wertes . . . . . %	26,5	75,5	123,5
Mittlere Abweichung . . . . ± %	6,15	10,8	18,3

Als Gesamtergebnis der Untersuchungen auf Gleichmäßigkeit konnte festgestellt werden:

1. Die einmal kardierten Garne weisen infolge eines etwas geringeren Gehaltes an kurzen Fasern weniger dicke Stellen (Noppen) auf kurzen Längen auf als die zweimal kardierten.

2. Die Verteilung der Abweichungen vom Mittelwert ist bei ihnen eine regelmäßigere, die Streuung eine kleinere, und daher auch

3. die durch die mittlere Abweichung gekennzeichnete Ungleichmäßigkeit eine geringere. Die fehlende Douplierung an der Feinkarde bzw. das ungleichmäßige Auflegen an der Karde macht sich beim Vergleich größerer Garnlängen (100 m und darüber) bemerkbar, doch sind die Unterschiede nicht wesentlich und werden durch den Vorteil der geringeren Noppenbildung aufgewogen.

III. Festigkeitseigenschaften. Es wurde zunächst der Einfluß des Spinnprozesses auf die Festigkeit der technischen Faser untersucht und hierbei festgestellt, daß eine Faserschwächung um rund 10% beim ersten Kardieren eintritt, während die weiteren Operationen des Spinnprozesses anscheinend ohne Einfluß bleiben. Die Festigkeit der Faser im Fertiggespinst ist beim alten und neuen Verfahren die gleiche.

Die Festigkeitseigenschaften der Garne sind in gewissem Grade abhängig von der mittleren Faserlänge und Gleichmäßigkeit des Gespinstes. Nach den vorher angeführten Ergebnissen war also zu erwarten, daß die einmal kardierten Garne eine größere Festigkeit aufweisen als die zweimal kardierten.

Vergleicht man die Durchschnittswerte für die Garne Nr. $5^1/_2$ und 6 (bei 500 mm freier Einspannlänge geprüft),

	Reißlänge km	Bruchdehnung %	Mittlere Abweichung in der Zugfestigkeit ± %	Arbeitsmodul mkg/g
2 × kardiert	10,03	1,5	18,75	0,0640
1 × kardiert	10,40	1,65	16,55	0,0744

[1] H. Sommer: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1924, H. 2/3.

Digitized by Google

so findet sich bestätigt, daß die einmal kardierten Garne im Mittel eine etwa 4% größere Reißlänge aufweisen und der geringeren Nummernschwankung entsprechend gleichmäßiger sind. Auch die Dehnung und der einen Ausdruck für die gesamten Festigkeits- und Dehnungseigenschaften darstellende Arbeitsmodul sind günstiger als bei den zweimal kardierten Garnen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß offenbar das zweite Kardieren beim alten Spinnverfahren ein überflüssiger, teilweise sogar nachteiliger Arbeitsgang ist, und daß das neue Einkardenverfahren mit keinem Nachteil für die Qualität der Erzeugnisse verbunden ist. Die erheblichen wirtschaftlichen Vorteile des Einkardenverfahrens durch Ersparnis an Karden, Instandhaltungskosten, Betriebskraft, Raum, Abfall usw. sowie Erhöhung der Produktion durch die Möglichkeit, mit geringerer Drehung die gleiche Festigkeit wie bei Zweikardengarnen zu erzielen, lassen daher die inzwischen bei einem Teil der deutschen Jutespinnereien bereits vollzogene Einführung des Einkardenspinnverfahrens als durchaus gerechtfertigt erscheinen.

Schäden an Papierfilzen[1].

Von **G. Herzog.**

Die bei der Papierfabrikation benötigten Filze stellen für die Papierfabriken einen Gegenstand steter Sorge, vielfach leider auch die Ursache unangenehmer Überraschungen dar. In den meisten Fällen ist aber nicht der Filz an sich das Übel, sondern es sind verkehrte Behandlung und unsachgemäße Beanspruchung, die gewöhnlich die Schuld an den auftretenden Schwierigkeiten tragen. Die aus Faserstoffen bestehenden und daher naturgemäß empfindlichen Filze führen in der Papiermaschine auch bei sorgfältiger und sachgemäßer Behandlung ein Dasein, das alles andere als schonend und erhaltend ist. Denn sie stehen fortwährend unter starker Spannung und unterliegen entweder dauernder Einwirkung von Hitze oder von Nässe; daneben sind sie gegebenenfalls auch der Einwirkung von bei der Papierherstellung gebrauchten Chemikalien, über deren schädigende Wirkung noch vielfach Unklarheit herrscht, ausgesetzt. Schäden in Filzen sind deshalb schon mehrfach Gegenstand von Veröffentlichungen in den Fachzeitschriften gewesen.

Da in der letzten Zeit im Amt wieder mehrfach Filze auf Ursache übermäßig schnellen Verschleißes bzw. auf stellenweise oder durchgehend auftretende Vermürbung untersucht worden sind, muß angenommen werden, daß in den betreffenden Kreisen über die Eigenheiten der zu Filzen verarbeiteten Fasermaterialien sowie über die zweckmäßige Behandlung der Filze noch immer eine gewisse Unklarheit besteht. Es sollen deshalb die bei der Untersuchung einiger Filze gemachten Beobachtungen hier mitgeteilt werden, in der Hoffnung, damit zur Behebung der genannten Schwierigkeiten beizutragen.

Zu einem Teil handelte es sich bei den beschädigten Filzen um sogenannte Trockenfilze, d. h. Filze, die das Papier beim Herumführen um die Trockenzylinder an diese anpressen; zum anderen Teil waren es auch sogenannte Naßfilze, auf denen der noch nasse Papierbrei in der Maschine geführt wird, bis er zu den Trockenzylindern gelangt. Nach den zur Herstellung benutzten Fasermaterialien ist zu unterscheiden zwischen Wollfilzen und Baumwollfilzen; erstere sind gewöhnlich beiderseitig gerauht, die Baumwollfilze dagegen ungerauht. Die Dicke der meist endlos und als mehrlagige Gewebe hergestellten Filze beträgt je nach dem Verwendungszweck etwa 4 bis 8 mm. Die Kette, welche gewöhnlich die Zugbeanspruchungen auszuhalten hat, ist sehr dicht gestellt; bei den Wollfilzen ist sie meist einfaches Garn, bei den Baumwollfilzen Zwirn. Der Schuß ist in beiden Fällen dickes, einfaches oder aus mehreren Einzelfäden bestehendes, schwach gedrehtes Garn, das das Gewebe füllen und gleichzeitig gegen Druck elastisch machen soll.

Von den zur Untersuchung gelangten Filzen seien folgende Fälle, die besonders charakteristisch waren, näher besprochen.

Ein wollener, zur Papierfabrikation dienender Naßfilz war nach angeblich kaum dreiwöchiger Benutzung braun und so morsch geworden, daß er schon bei geringer Zugbeanspruchung zerriß. Eine gleichzeitig vorgelegte Probe des ungebrauchten Filzes ließ mikroskopisch noch keine Schädigung der Wolle erkennen. Diese Probe reagierte zwar schwach alkalisch, die Biuretreaktion nach Becke[1], die bekanntlich Schädigung der Wolle bei Abbau ihrer Eiweißstoffe anzeigt, war nur ganz schwach, wie sie auch sonst bei gesunder Wolle infolge der Einwirkungen der normalen Verarbeitungs- bzw. Reinigungsprozesse auftritt. Der gebrauchte Filz reagierte dagegen deutlich alkalisch, und auch im wässerigen Auszuge konnten merkliche Mengen von Alkali nachgewiesen werden. Seine Wolle zeigte in der mikroskopischen Struktur durchweg sehr starke Veränderungen; bei vielen Haaren fehlte die äußere Epidermisschicht mit den Schuppen teilweise oder ganz, andere Haare zeigten weit vorgeschrittenen Zerfall und Auflösung in Fibrillen. Die Biuretreaktion war zwar deutlich, aber schwächer als nach den starken strukturellen Zerstörungserscheinungen der Haare eigentlich zu erwarten war. Teile der abgebauten Wollsubstanz dürften demnach beim Gebrauch des Filzes bereits herausgewaschen worden sein.

Das in dem ungebrauchten Filz bereits vorhandene, von der Verarbeitung der Wolle herrührende und vermutlich nicht genügend ausgewaschene Alkali dürfte den Keim für den raschen Verschleiß der Wolle gelegt haben. Ein solcher Rückstand braucht zunächst noch nicht eine erkennbare Änderung der Struktur zu bewirken, so daß die Wolle bei der mikroskopischen Untersuchung zunächst noch unangegriffen zu sein scheint. Erfahrungsgemäß

[1] Original: Melliand Textilberichte 1926, H. 12.

[1] Färber-Ztg. 1912, H. 3; 1919, H. 10.

Digitized by Google

wird aber dabei doch schon eine Schwächung der Wollfaser eingeleitet und die Widerstandsfähigkeit derselben gegenüber weiteren chemischen Einwirkungen, wie sie im Betriebe erfolgen können, wesentlich vermindert.

Schlimmer lag die Sache in einem zweiten Fall, bei dem ein wollener Naßfilz nach angeblich ganz kurzer Zeit völlig vermorscht war. Hier reagierte eine mit vorgelegte Probe des unbenutzten Filzes nicht nur deutlich alkalisch, sondern sie zeigte eine weit stärkere Biuretreaktion als sie bei gesunder Wolle normalerweise vorkommt. Die Wolle ließ mikroskopisch zum Teil schon Merkmale beginnenden chemischen Angriffs (z. B. undeutliche, schwache Schuppung, starke Faserstreifung oder Faserspalten) erkennen. Bei dem gebrauchten Filz war die Wolle weitgehend zerstört, teilweise war der Zusammenhang der Fibrillen nur noch ganz lose, manche Haare waren in kurze Stücke zerfallen (siehe Abb. 1). Die

Abb. 1.

alkalische Reaktion war etwas weniger stark, die Biuretreaktion etwa ebenso stark wie bei dem unbenutzten Filz. Im vorliegenden Falle enthielt also schon der unbenutzte Filz so erhebliche Mengen von freiem Alkali, daß dieses bereits eine mikroskopisch erkennbare Veränderung des Wollhaares bewirkt hatte. Eine solche Veränderung der Struktur ist aber mit einer wesentlichen Schwächung der Faser verbunden. Bei der Benutzung des Filzes hat das Alkali dann weiter seine schädigende Wirkung ausüben können. Da der Filz aber nur ganz kurze Zeit verwendet worden ist und anderseits in dieser kurzen Zeitspanne die Zerstörung der Wolle in einem bisher nicht beobachteten Ausmaß erfolgt war, muß angenommen werden, daß in diesem Falle eine weitere Zuführung von Alkali, vielleicht durch Waschen des Filzes in heißen alkalischen Bädern, wie sie manchmal in Verkennung der ungünstigen Nebenwirkungen derartiger Mittel angewendet werden, erfolgt ist, und daß gegebenenfalls auch Hitze infolge unsachgemäßen Trocknens des gewaschenen Filzes verschlimmernd mitgewirkt hat.

Ein anderer wollener Trockenfilz hatte nach angeblich nur achttägigem Laufen vereinzelt harte, brüchige Stellen von brauner Färbung bekommen. An den Fleckenstellen war deutlich alkalische und ziemlich starke Biuretreaktion vorhanden. Die von diesen Stellen stammende Wolle zeigte zum Teil starke Zerstörungserscheinungen, teilweise war sie glasartig spröde geworden und zerfiel infolgedessen schon bei der Anfertigung der mikroskopischen Präparate in kleine Teile. An den nicht gebräunten Stellen des Filzes war die Alkali- und Biuretreaktion wesentlich schwächer, dementsprechend zeigte auch die Wolle dort erst schwache, aber immerhin schon sichtbare Veränderungen ihrer Struktur. Am Rande des Filzes, da, wo er mit dem zu trocknenden Material nicht in Berührung gekommen war, war die Biuretreaktion fast negativ. Die Entstehung der harten, brüchigen Stellen in dem Filz war aller Wahrscheinlichkeit nach auf freies Alkali zurückzuführen, das entweder noch von der Fabrikation her oder auf andere nicht mehr festzustellende Weise in unregelmäßiger Verteilung in den Filz gelangt war und unter Mitwirkung von Hitze und Feuchtigkeit wollzerstörend gewirkt hat.

Während die bisher besprochenen Fälle die überaus gefährliche Wirkung schon geringer Mengen von Alkali auf Wolle erkennen lassen, soll im nachstehenden noch an zwei Beispielen die Schädigung von Baumwollfilzen durch Säure oder Salze gezeigt werden, die unter bestimmten Verhältnissen Säure abspalten.

Der eine Fall betraf einen baumwollenen Trockenfilz, der auf der einen Seite stark gebräunt war und in der Mitte dunkle, in Streifenform auftretende Flecke zeigte. Ähnliche Flecke waren auch an den Rändern vorhanden; die Flecke waren ihrer Gestalt und Verteilung nach zweifellos durch Auftropfen und Verstreichen einer Flüssigkeit entstanden. Die andere Filzseite zeigte einen weißlichen Farbton mit einem Stich ins Blaue, wie er durch Einwirkung bleichender Mittel zustande kommt. Auf dieser Seite war der Filz stark angegriffen, die Kettfäden waren vielfach zerrissen. Der lose gedrehte, sonst durch die Kette verdeckte Schuß konnte daher an diesen Stellen an die Oberfläche treten, er ist dann allmählich durch die im Betriebe auftretende mechanische Beanspruchung (Friktion oder ähnliches) so aufgerauht worden, daß sich die abgeriebenen Fasern stellenweise zu Flöckchen zusammengeballt hatten. Beim Zusammenbiegen des Gewebes war deutlich das Knistern zerreißender Fäden zu hören. Für die naheliegende Vermutung, daß die starke Schädigung des Filzes etwa auf die Einwirkung von Bleichmitteln zurückzuführen wäre, hatte die Untersuchung keinen Anhalt ergeben. Weder Säure noch Oxyzellulose noch Reste von Chlor konnten nachgewiesen werden; Fehlingsche Lösung wurde nur ganz schwach reduziert. Dagegen reagierte das Gewebe auf der anderen, braunen Seite stark sauer, im wässerigen Auszuge waren merkliche Mengen von SO_4-Ionen vorhanden. Fehlingsche Lösung wurde, besonders von Fäden aus den dunklen Fleckstellen, stark reduziert, woraus zu schließen war, daß es hier zur Bildung von Hydrozellulose gekommen sein dürfte. Die Mitte des Gewebequerschnitts zeigte eine braune Zone, in der auch die Schußfäden deutliches Reduktionsvermögen aufwiesen. Die auffälligen Zerstörungen auf der „Bleichseite“ des Filzes sind nach dem Befunde so zu erklären, daß die Kettfäden von der braunen Seite her durch Einwirkung von Säure und Hitze, sozusagen durch einen Karbonisationsprozeß, vermorscht sind, und daß sie dann auf der Außenseite bei den dort auftretenden Zug- und Biegebeanspruchungen gerissen sind. Der dadurch

Digitized by Google

freigelegte Schuß ist dann durch Reibung allmählich aufgerauht worden.

Ein anderer baumwollener Trockenfilz zeigte eine merkwürdige Veränderung der einen Seite mit starker

Abb. 2.

Vermorschung der dort an der Gewebeoberfläche liegenden Fäden. In großer Zahl waren dort weißliche Verkrustungen und Anlagerungen von etwa Hirsekorngröße vorhanden, zum Teil waren auch die Kettfäden auf größere Strecken hin völlig verschwunden, so daß der sonst verdeckte Schuß an die Gewebeoberfläche trat. Die andere Seite des Filzes wies keine derartige Beschädigungen oder Flecke auf (siehe die beiden Abb. 2 und 3). Der Filz reagierte ziemlich stark sauer, im

Abb. 3.

wässrigen Auszuge waren reichliche Mengen SO_4- und Cl-Ionen vorhanden, ferner wurde Kalk, Tonerde und Magnesium nachgewiesen. Die an der Oberfläche liegenden Fäden der fleckigen Seite reduzierten Fehlingsche Lösung deutlich. Die weißlichen Anlagerungen bestanden in der Hauptsache aus Gips und Stärke, sie lösten sich in kochendem Wasser, leichter in verdünnter Salzsäure. Nach dem Ablösen der Anlagerungen zeigte sich, daß an der betreffenden Stelle der Zwirn-Kettfaden entweder vollständig durchbrochen war, oder daß einzelne Fäden des Zwirns gerissen waren (siehe Abb. 4). Die pinselförmig aufgefaserten Fadenenden hatten infolge ihrer erhöhten Saugfähigkeit aus dem trocknenden Papier Leim und Füllstoffe (wie Gips und Stärke) aufgesaugt, welch letztere dann nach dem Trocknen des Filzes an den Enden der zerstörten Fäden als die beschriebenen Ausblühungen zurückgeblieben sind. Das Morschwerden des Filzes und das dadurch verursachte Reißen der Fäden war zweifellos auf die Wirkung der vorhandenen Säure zurückzuführen. Diese ist vermutlich aus Chlormagnesium abgespalten worden. Entweder ist der Filz zur Trocknung chlormagnesiumhaltiger Papiere benutzt worden oder es hat sich Chlormagnesium durch Wechselwirkung aus Kalziumchlorid und Magnesiumsulfat gebildet. In beiden Fällen wurde durch die Wirkung der Hitze der Trockenzylinder Salzsäure abgespalten, durch welche die Baumwolle naturgemäß zerstört worden ist. Nicht ganz ausgeschlossen ist, daß außer-

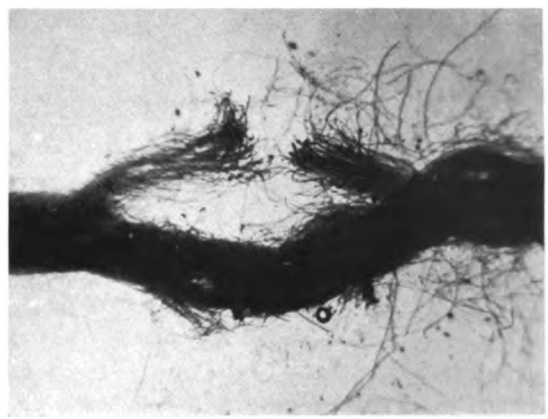


Abb. 4.

dem die Gegenwart des weiterhin vorhandenen, sauer reagierenden Tonerdesulfats schädigend mitgewirkt hat.

Nach Art und Häufigkeit der Schädigungen zu urteilen, scheint demnach in den Gebraucherkreisen die charakteristische Empfindlichkeit der genannten Faserstoffe gegenüber Chemikalien, insbesondere bei Mitwirkung von Hitze und Feuchtigkeit nicht durchweg bekannt zu sein. Deshalb mag hier nochmals das Wichtigste hierüber gesagt werden.

Wolle ist gegen Alkali jeder Art außerordentlich empfindlich, besonders bei Temperaturen von 40° an aufwärts. Bekanntlich genügt schon 10 Min. langes Kochen von Wolle in 2proz. Kali- oder Natronlauge, um sie völlig aufzulösen, eine Möglichkeit, der die Filze in der Papierfabrikation allerdings kaum ausgesetzt sein dürften. Auch mehrprozentige heiße Sodalösung ist bereits imstande, die Wollfaser weitgehend zu schwächen und mürbe zu machen. Es ist daher ganz verkehrt, wenn etwa beim Brühen neuer Filze (Manchons), durch das eine Verkürzung (Krumpen) derselben erfolgen soll, dem heißen Wasser Soda zugefügt wird. Wenn daher die Behandlung von Wollfilzen mit Alkalien, z. B. bei der Reinigung verkrusteter oder hart gewordener Filze, nicht zu umgehen ist, so sind nur sehr verdünnte und

Digitized by Google

höchstens lauwarme Lösungen von Soda oder besser von dem milder wirkenden Ammoniak zu benutzen. Nachher ist sofort und ausgiebig zu spülen, gegebenenfalls unter Zusatz von etwas Säure zu dem Spülwasser zwecks Neutralisation des sehr hartnäckig an der Faser haftenden Alkalis. Gegen Säure ist Wolle verhältnismäßig sehr widerstandsfähig, so daß sie auch mit stärkeren Konzentrationen derselben in Berührung kommen kann, wenn nachher bald gespült wird und sofern nicht Hitze mitwirkt. Wertvolle Hilfsmittel für die Erkennung einer chemischen Schwächung der Wollfasern sind z. B. die Biuretreaktion sowie das mikroskopische Verhalten der Faser gegenüber kalter Kalilauge und gewissen Farbstoffen.

Im Gegensatz zur Wolle ist die Baumwolle gegen schwache Alkalien ziemlich unempfindlich; empfindlich ist sie aber gegenüber stärkeren Alkalien bei Hinzutritt von Hitze, in welchem Falle sich Oxyzellulose bildet. Von Mineralsäuren, auch in größeren Verdünnungen, wird Baumwolle, besonders bei Mitwirkung von Hitze, stark angegriffen. Aber nicht nur freie Säure ist für Filze aus Pflanzenfasern gefährlich, sondern auch solche Salze, die unter gewissen Umständen Säure abspalten, wie z. B. Chlormagnesium, das bei Temperaturen von 105° aufwärts Salzsäure frei werden läßt, die ihrerseits, wie eben dargestellt, die Faser schwächt und gegebenenfalls vollkommen zerstört. Über diese Wirkungen ist in der Literatur schon so häufig berichtet worden, daß sich hier ein näheres Eingehen darauf erübrigen dürfte. Es wird auf die unten angegebenen Stellen[1] verwiesen.

[1] Lummerzheim: Leipz. Monatschr. f. Textilind. 1921, H. 3; Doninelli: Ebenda 1908, H. 9; Ristenpart: Z. angew. Chem. 1912, S. 289; Jovanovits: Melliand Textilberichte 1925, H. 2; Kind: Das Bleichen der Pflanzenfasern, 2. Aufl., S. 342. Wittenberg 1922.

Über den Wert des Glühverfahrens bei der Bestimmung des Baumwollgehalts in Asbesterzeugnissen.

Von **H. Sommer.**

Die Verwendung von Asbesterzeugnissen in Form von Garnen, Geweben und Geflechten an Stellen, wo sie der Einwirkung höherer Hitzegrade ausgesetzt sind, bedingt Freisein von Bestandteilen, die brennbar sind und infolgedessen im Gebrauch ein Schwinden verursachen. Den in bezug auf Hitzebeständigkeit zu stellenden Anforderungen, z. B. bei Isoliermatratzen, feuerfester Schutzkleidung, Dichtungen für Ofentüren u. a., genügen nur die sog. „garantiert reinen" Asbesterzeugnisse. Sie enthalten keine brennbaren Beimischungen und können aus spinntechnischen Gründen nur aus den besten langfaserigen Asbestsorten hergestellt werden, sind allerdings entsprechend teuer. Die weniger langfaserigen Asbestsorten erfordern dagegen, wenn sie zu Garnen verarbeitet werden sollen, zur Erleichterung und Verbilligung des Spinnprozesses einen Zusatz von Baumwolle (in Ausnahmefällen wird für diesen Zweck auch Seide verwendet). Nach den „Allgemeinen Gütevorschriften und Prüfverfahren für Asbestwaren" des Reichsausschusses für Lieferbedingungen (RAL 545 A[1]), an denen das Amt maßgebend mitgearbeitet hat, soll der Asbestgehalt dieser als „handelsrein" bezeichneten Asbesterzeugnisse mindestens 92% betragen, es werden jedoch häufig Asbesterzeugnisse mit einem weit höheren Baumwollgehalt, bis zu 30%, in den Handel gebracht. „Handelsreine" Asbesterzeugnisse sollten nur dort Verwendung finden, wo die auftretenden Temperaturen eine Zersetzung bzw. ein Verbrennen der Baumwolle nicht herbeiführen können, z. B. bei gefetteten Heißdampfpackungen u. a. Trotzdem wird häufig von Verbrauchern in Unkenntnis der Sachlage oder aus falscher Sparsamkeit auch „handelsreine" Ware für Zwecke verwendet, für die ausschließlich nur „garantiert reine" Asbesterzeugnisse geeignet sind. Die Folgen machen sich, besonders wenn es sich um größere Mengen beigemischter Baumwolle handelt, sehr bald als Schwinden, Undichtwerden usw. bemerkbar und geben Anlaß zu unliebsamen Auseinandersetzungen zwischen Verbraucher und Hersteller.

Die Prüfung eines Asbesterzeugnisses auf Hitzebeständigkeit bzw. Baumwollgehalt — vor seiner Verwendung — ist daher von besonderer Wichtigkeit. In der Praxis verfährt man dabei vielfach so, daß man ein Probestück aufgefasert in eine Flamme hält und je nach der Brennbarkeit auf Beimengung von Baumwolle zu schließen sucht (Brennprobe). Dieses Verfahren ist naturgemäß sehr roh und unsicher. Ein weiteres bislang geübtes Verfahren ist die mikroskopische Schätzung, wobei die Baumwollfasern durch Anwendung von Jod-Jodkaliumlösung deutlicher sichtbar gemacht werden. Infolge der Verschiedenheit im spezifischen Gewicht und in den Abmessungen von Asbest- und Baumwollfasern ist eine solche Schätzung jedoch ziemlich schwierig und gestattet auch dem Geübten nur Angaben von bestenfalls 5 zu 5%; immerhin läßt sich auf diesem Wege mit Sicherheit feststellen, ob überhaupt Baumwolle beigemischt ist, und es ist möglich, gegebenenfalls noch Reste eines Baumwollzusatzes zu erkennen, den man etwa durch kurzes Glühen zu entfernen gesucht hat.

Auch die Bestimmungen des Glühverlustes als Maßstab für den Baumwollgehalt, die noch immer in Hersteller- und Verbraucherkreisen als maßgebend angesehen und am häufigsten angewendet wird, ist nicht einwandfrei. Bekanntlich ist der Glühverlust des reinen Asbestes, d. h. sein Gehalt an chemisch gebundenem Wasser unter Ausschaltung der hygroskopischen Feuchtigkeit, von der chemischen Beschaffenheit des Asbestes abhängig; Hornblendeasbeste haben im allgemeinen einen sehr niedrigen, Serpentinasbeste dagegen einen

[1] Zu beziehen durch den Beuth-Verlag, Berlin SW 19.

Digitized by Google

sehr hohen Glühverlust. Aber auch für jede dieser Gruppen ist der Glühverlust nicht etwa eine feststehende Größe, er schwankt vielmehr je nach Zusammensetzung und Herkunft des Asbestes, so daß z. B. die früher übliche Annahme eines Durchschnittswertes von 14% für Serpentinasbeste, der bei der Berechnung des Baumwollgehaltes vom ermittelten Glühverlust des Asbesterzeugnisses in Abzug gebracht wird, zu Fehlern von mehreren Prozenten führen kann. Dieser Umstand hat dem Amt seinerzeit Veranlassung gegeben, ein einwandfreies Verfahren zur Bestimmung des Baumwollgehaltes in Asbesterzeugnissen auszuarbeiten[1]; dieses Verfahren ist auch für Schiedsprüfungen in die Prüfungsvorschriften des RAL 545A aufgenommen worden. Indes wird in der Praxis noch vielfach die Glühverlustbestimmung als ausschlaggebend angesehen. So hatte z. B. das Amt in einem Falle in einigen angeblich „garantiert reinen", also baumwollfreien, Asbestpackungen einen geringen Baumwollzusatz (etwa 4%) festgestellt; der Hersteller berief sich auf den von ihm ermittelten Glühverlust, welcher etwa dem im RAL 545A angegebenen oberen Grenzwert von 16% für „garantiert reine" Asbestwaren entsprach, woraus er auf Freisein von Baumwolle schloß, mußte sich aber von der Richtigkeit der Angaben des Amtes überzeugen. In einem anderen Falle wurde bei der Asbestdecke eines Koksofentürringes ein Glühverlust von 15,1% ermittelt, während gleichzeitig durch die mikroskopische Prüfung erhebliche Mengen Baumwolle nachgewiesen und ihr Anteil nach dem Kupferoxydammoniakverfahren zu 12,2% bestimmt wurde. Die an dem von Baumwolle befreiten Asbest vorgenommene Nachprüfung ergab für diesen einen Glühverlust von 3,5% (bzw. 3,1%, bezogen auf das Trockengewicht der Asbest-Baumwollmischung); aus dem Unterschied der Glühverluste berechnet sich somit ein Baumwollgehalt von 15,1—3,1 = 12,0%, der in guter Übereinstimmung mit dem nach dem Kupferoxydammoniakverfahren ermittelten Werte (12,2%) steht. Aus diesen Beispielen, denen noch eine Reihe anderer aus der Untersuchungspraxis des Amtes zur Seite gestellt werden könnten, geht zur Genüge hervor, daß der Glühverlustbestimmung keine entscheidende Bedeutung für die Ermittlung des Baumwollgehalts beigemessen werden kann.

Obwohl in der Literatur[2] Angaben über den wechselnden Glühverlust der Asbeste bereits vorhanden sind, ist diese Frage im Amt erneut einer Nachprüfung unterzogen worden. Da auch bezüglich der beim Glühverfahren einzuhaltenden Temperaturen in der Praxis vielfach nicht einheitlich verfahren wird, wurden einige der untersuchten Asbestproben das eine Mal mehrstündig mit dem Gebläse (Temperatur etwa 600°), das andere Mal 1 St. bei 900° im elektrischen Muffelofen geglüht. Es ergaben sich folgende, auf das Trockengewicht berechnete Werte:

Probenbezeichnung	Gehalt an hygroskopischer Feuchtigkeit bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit %	Glühverlust (chemisch gebundenes Wasser) bei mehrstündigem Glühen bei etwa 600° %	Glühverlust (chemisch gebundenes Wasser) bei einstündigem Glühen bei etwa 900° %
Kanad. Asbest, Crude I	1,62	—	12,87
„ Rohasbest I .	1,98	10,18	11,95
„ Spinnfaser . .	2,08	11,52	11,64
„ Pappenfaser .	1,81	10,97	12,23
Russ. Uralasbest, Crude I	2,27	—	12,86
„ Spinnfaser I . .	2,06	11,34	12,74
„ Pappenfaser . .	1,82	10,57	12,82
Austral. Spinnfaser . .	1,95	13,18	13,86
Südafr. weißer Asbest, Crude I . . .	2,37	—	15,80
„ gelbe Spinnfaser	1,98	10,83	12,72
Afrikan. Blauasbest . .	0,46	—	1,61
„ blaue Spinnfaser	1,16	0,28	0,45
„ blaue Pappenfaser	0,72	1,66	1,65
Finnischer Pappenasbest	1,61	0,55	1,58
Deutscher Pappenasbest	1,04	—	2,67
Weißer Asbest (aus Kleinasien)	0,38	—	1,71
Weißer Spinnasbest (unbekannter Herkunft)	0,34	—	3,48
Weißer Spinnasbest (unbekannter Herkunft)	0,84	2,94	—

Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, daß die Glühverluste verschiedener Asbestsorten nicht nur zum Teil erheblich voneinander abweichen, sondern auch noch von der Glühtemperatur abhängig sind. Der Einfluß der Glühtemperatur ist allerdings nur bei den hitzebeständigeren Serpentinasbesten von Bedeutung, der größte im Amt beobachtete Unterschied beträgt hier 2,3%; bei den Hornblendeasbesten spielt er keine Rolle, da diese bereits bei Temperaturen unter 500° das chemisch gebundene Wasser verlieren. Legt man den im RAL 545A angegebenen Wert von 16% für den Glühverlust von Serpentinasbesten zugrunde, der unter Berücksichtigung des Umstandes zustandegekommen ist, daß gelegentlich außer Serpentinasbesten von 12 bis 16% auch solche mit noch höherem Glühverlust vorkommen, so ist festzustellen, daß bei den am häufigsten verarbeiteten Serpentinasbesten der Glühverlust meist noch so weit unter dem für die Berechnung angenommenen Wert von 16% liegt, daß bei ihnen ein Zusatz geringer Mengen (bis zu 5%) von Baumwolle aus den Glühverlust des Asbesterzeugnisses gar nicht erkannt werden kann, zumal wenn die Bestimmung etwa bei einer zu niedrigen Glühtemperatur ausgeführt worden ist. Die Möglichkeit einer fehlerhaften Bestimmung des Baumwollgehalts nach dem Glühverfahren ist um so größer, als neuerdings neben den weißen Serpentinasbesten mit hohem Glühverlust auch von ihnen äußerlich nicht zu unterscheidende weiße Hornblendeasbeste von wechselnder Zusammensetzung und sehr niedrigem Glühverlust versponnen werden; einen Fall dieser Art stellt das weiter oben angeführte Beispiel dar. Das Glühverfahren kann mithin keine brauchbare Grundlage für

[1] Heermann und Sommer: Die Bestimmung von Gemischen aus Asbest und Baumwolle. Mitt. Materialpr.-Amt 1921, H. 5/6, S. 315.

[2] Z. Bsp. Dammer und Tietze: Die nutzbaren Mineralien, II, S. 231/32. 1914.

Digitized by Google

eine genaue Baumwollgehaltsbestimmung abgeben, es kann nur als Vorversuch zur Gewinnung eines ungefähren Anhalts gewertet werden.

Die indirekte Ermittelung des Asbestgehaltes etwa durch quantitative Bestimmung eines typischen Bestandteiles des Asbests scheitert an der sehr verschiedenen prozentualen Zusammensetzung der Asbeste[1], ebenso ist auch ihre verschieden große Säurelöslichkeit der Bestimmung des Asbestgehalts durch Herauslösen der Baumwolle mit 80proz. Schwefelsäure hinderlich. — Eine andere Möglichkeit der Baumwollgehaltsbestimmung könnte daraus hergeleitet werden, daß der Gehalt eines Asbesterzeugnisses an hygroskopischer Feuchtigkeit um so größer ist, je mehr Baumwolle es enthält, da bei normaler Luftfeuchtigkeit (65%) gelagerter Asbest verhältnismäßig sehr wenig, Baumwolle im Vergleich dazu viel mehr hygroskopisches Wasser enthält. Die Berechnung des Baumwollgehalts x nach einer einfach abzuleitenden Formel

$$x = \frac{c - a}{b - a} \cdot 100\%,$$

in welcher

a = Gehalt des Asbests an hygroskopischer Feuchtigkeit in Prozent des Asbesttrockengewichts,

b = Gehalt der Baumwolle an hygroskopischer Feuchtigkeit in Prozent des Baumwolltrockengewichts,

c = Gehalt der Asbest-Baumwollmischung an hygroskopischer Feuchtigkeit in Prozent ihres Trockengewichts bedeutet, ergibt jedoch eine zu geringe Genauigkeit, da z. B. für die ungefähren Durchschnittswerte $a = 2\%$, $b = 8\%$ ein Unterschied von 0,1% bei der Bestimmung von c schon einer Abweichung von 1,7% für den Baumwollgehalt entspricht. Außerdem kommt hinzu, daß auch der Gehalt an hygroskopischer Feuchtigkeit bei den verschiedenen Asbestsorten Schwankungen unterworfen ist (s. Tabelle).

Als einzige brauchbare und auf Bruchteile eines Prozentes genaue Werte liefernde Bestimmungsmethode hat sich das vorher erwähnte im Amt ausgearbeitete Kupferoxydammoniakverfahren[1] erwiesen; die Baumwolle wird hierbei durch Kupferoxydammoniak in Lösung gebracht, während der Asbest durch dieses vollständig unverändert bleibt und quantitativ zurückgewonnen wird. Das Verfahren wird seit längerer Zeit im Amt für genaue Bestimmungen angewendet und hat sich in allen Fällen als zuverlässig bewährt. Es kann ebenfalls mit Erfolg angewendet werden, wenn die Beimischung aus gebleichten (kotonisierten) Flachsfasern oder Zellstoff (z. B. in Filterasbesten) besteht; auch ein gegebenfalls vorkommender Zusatz von Seide wird bei genügend langer Einwirkung von der Kupferoxydammoniaklösung gelöst, so daß in allen Fällen der Gehalt an Asbest einwandfrei ermittelt werden kann. Seinen einzigen Nachteil, der in einer verhältnismäßig großen Zeitdauer und gewissen notwendigen Einarbeitung besteht, steht eine Genauigkeit gegenüber, die mit keinem anderen Verfahren zu erreichen ist.

[1] Vgl. die Analysenwerte in Dammer und Tietze: Die nutzbaren Mineralien, II, S. 231/32. 1914.

[1] Siehe Fußnote 1, S. 66; eine kurze Beschreibung des Verfahrens ist auch im RAL 545 A zu finden.

Einige Neuerungen bei photographischen Kopierprozessen.

Von **H. Frederking.**

Unter den photographischen Kopierverfahren, die zur Herstellung positiver Abzüge nach photographischen Negativen dienen, nimmt auch heute noch das Pigment- oder Kohleverfahren eine sehr bedeutsame und wichtige Stellung ein. Wenn dieses Kopierverfahren auch durch die Anwendung der sehr schnell arbeitenden Gaslicht- und Bromsilberverfahren im laufenden Bedarf des Tages eine gewisse Zurücksetzung erfahren hat, so behauptet es doch noch überall da seinen bevorzugten Platz, wo es auf ernste Arbeit, auf große Widerstandsfähigkeit und künstlerische Wirkung der photographischen Bilderzeugnisse ankommt. Diese bevorzugte Stellung verdankt das Pigmentverfahren neben der Unveränderlichkeit der mit ihm erzielbaren Bildabzüge vornehmlich dem Umstande, daß man bei seiner Anwendung weitgehendste Freiheit in der Wahl der Bildfärbung und des Bilduntergrundes hat. Denn Pigmentkopien lassen sich nicht nur auf Papier beliebiger Oberflächenbeschaffenheit, sondern ebensogut auch auf Geweben, Holz, Glas, Porzellan, Elfenbein, Metall und anderen Stoffen herstellen.

Chemisch beruhen der Pigmentprozeß und andere ihm nahestehende Verfahren bekanntlich auf der Eigenschaft der doppeltchromsauren Salze, in Verbindung mit mannigfachen organischen Stoffen durch die Wirkung des Lichtes reduziert zu werden. Diese Reduktionsprodukte der Chromsäure sind es nun ihrerseits, die auf den gleichzeitig anwesenden organischen Stoff je nach der Natur desselben in etwas verschiedener Weise chemisch einwirken. Wird z. B., wie dies gerade beim Pigmentverfahren der Fall ist, eine gefärbte Gelatineschicht in einer Lösung von Kalium- oder Ammoniumbichromat gebadet, so wird sie nach dem Trocknen in hohem Maße lichtempfindlich. Belichtet man eine solche Schicht unter einem photographischen Negativ, so wird in ihr das Chromsalz je nach Maßgabe der Lichtwirkung in größerer oder geringerer Tiefe der Schicht zu Chromdioxyd reduziert, das nun seinerseits eine gerbende Wirkung auf die Gelatine ausübt, d. h. sie in heißem Wasser unlöslich macht. Beim Baden der belichteten Schicht in warmem Wasser wird daher alles von der Gelatineschicht fortgelöst, was keiner Lichtwirkung ausgesetzt gewesen war und es hinterbleiben nur die belichteten Teile der gefärbten Gelatine, die einen bis in die feinsten Einzelheiten richtig abgestuften Abdruck des Negatives in der Farbe ergeben, die der Gelatine zugesetzt worden war. Da aber beim Belichten einer chromierten Gelatineschicht, die gewöhnlich auf Papier aufgetragen ist, die Lichtwirkung fast nie die ganze Schicht durchdringt, so bleibt nächst der Papieroberfläche immer noch löslich

Digitized by Google

gebliebene Gelatine zurück. Würde man also die Pigmentkopie nach dem Belichten einfach in heißes Wasser bringen, so würde das hauptsächlich an der Oberfläche der Schicht liegende Bild unterspült und abgeschwemmt werden. Um dies zu vermeiden, ist es notwendig, die Kopie zunächst mit einer anderen Unterlage, an der sie gut haftet, in innigen Kontakt zu bringen und dann die ursprüngliche Papierunterlage und die löslich gebliebene Gelatine in warmem Wasser restlos zu entfernen. Das fertig entwickelte Bild kann auf dieser neuen Unterlage bleiben, ist aber dann seitenverkehrt, oder es kann bei geeigneter Vorpräparation dieser Unterlage von ihr wieder auf eine andere beliebige Unterlage übertragen werden, auf der es dann in richtiger Stellung steht. Im ersteren Falle spricht man von einfachem, im zweiten von doppeltem Übertrag.

Die Grundlagen des Pigmentverfahrens sind im Jahre 1855 durch die Arbeiten des französischen Chemikers Poitevin[1] geschaffen worden, aber erst mehr als 20 Jahre später ist der Chemismus der bei Ausübung dieses Verfahrens sich abspielenden Reaktionen durch die Forschungen des Wiener Photochemikers Dr. J. M. Eder[2] einwandfrei aufgeklärt worden. Nachdem sich dann in den achtziger Jahren des vorigen Jahrhunderts das Pigmentverfahren ziemlich allgemein eingeführt hatte, sind im Laufe der Zeit mancherlei Verbesserungen herausgefunden worden, die sich auf die praktische Ausübung des Pigmentdruckes als photographisches Kopierverfahren erstrecken. Merkwürdigerweise ist man aber gerade in der Herstellung des eigentlichen Kopiermateriales, von einigen geringfügigen Ausnahmen abgesehen, ungefähr da stehen geblieben, wo man auch schon vor 40 oder 50 Jahren stand.

Pigmentpapiere, d. h. mittels besonderer Auftragmaschinen mit einer ziemlich dicken Schicht gefärbter Gelatine überzogene Papiere, die erst zum Gebrauch durch Chromieren lichtempfindlich zu machen sind, werden insbesondere von einigen deutschen und englischen Fabriken in recht reichhaltiger Farbenauswahl hergestellt und in den Handel gebracht. Die Fabrikation dieser Papiere gestaltet sich nicht ganz einfach, wenn ein wirklich brauchbares Fabrikat erzeugt werden soll. Als oberster Grundsatz galt und gilt noch heute, daß für Pigmentpapiere nur Farben von möglichster Beständigkeit zu verwenden sind. Deshalb kam als färbendes Mittel hauptsächlich die Kohle zur Anwendung, sei es als Lampenschwarz, als Elfenbeinschwarz, chinesische Tusche u. dgl., so daß man aus diesem Grunde das Pigmentpapier auch Kohlepapier nannte. Neben der Kohle wurden noch zahlreiche Erd- und Mineralfarben, Indigo und einige Farblacke, meist im Gemisch mit Kohle, selten für sich allein, zum Färben der Gelatine benutzt. Auch alkalisch gelöstes Alizarin oder Purpurin wurde gelegentlich zum Nuanzieren der Farbmischungen herangezogen. Die Verwendung aller dieser Farben machte zum Teil recht umständliche Vorarbeiten nötig, da die Farben erst sehr sorgfältig gemahlen oder geschlämmt, mitunter auch entfettet, dann auf Farbsteinen abgerieben und schließlich gleichmäßig und vorsichtig mit der warmen gelösten Gelatine vermischt werden mußten. Infolge des verschiedenen spezifischen Gewichtes der Einzelbestandteile einer solchen Farbenmischung traten leicht Entmischungen ein oder Zusammenballungen einzelner Bestandteile, die die Homogenität der fertigen gefärbten Emulsion in unangenehmer Weise stören konnten, wenn nicht besondere Kunstgriffe zur Vermeidung solcher Störungen zur Anwendung gelangten. Diese Schwierigkeiten machten die Fabrikation des Pigmentpapieres umständlich, zeitraubend und teuer.

Durch zahlreiche und eingehende Versuche gelang es dem Verfasser, eine neue Herstellungsart für das Pigmentpapier zu finden, die die geschilderten Schwierigkeiten völlig umgeht und ohne Einbuße in bezug auf die Güte der Bildresultate eine wesentliche Vereinfachung und Verbilligung des Fabrikationsprozesses bedeutet. Aus patentrechtlichen Gründen können nähere Einzelheiten über das Verfahren zur Zeit noch nicht mitgeteilt werden, sondern müssen einer späteren Veröffentlichung vorbehalten bleiben.

Unabhängig von dem vorstehend erwähnten Verfahren gelang es, auch noch auf einem anderen Gebiete der photographischen Kopiertechnik eine nicht unwesentliche Verbesserung aufzufinden. Um zu reproduzierbaren photographischen Bildern in den Naturfarben zu gelangen, wendet man meist das Dreifarbenverfahren mit drei Teilnegativen, die unter Zuhilfenahme von Lichtfiltern und farbenempfindlichen Aufnahmeplatten hergestellt werden, an[1]. Das sehr schöne und zu hoher Vollendung entwickelte Farbenrasterverfahren, das schon mit einer Aufnahme ein Bild in den Naturfarben liefert, leidet an dem Übelstande, daß nur Durchsichtsbilder erhalten werden können, die bisher leider nicht oder nur bei Anwendung weitgehender manueller Retuschen im autotypischen Pressendruck als Aufsichtsbilder vervielfältigt werden können. Aber auch die Herstellung und Vereinigung der drei Teilbilder zu einem naturfarbigen Gesamtbilde nach dem gewöhnlichen Dreifarbenverfahren bietet namentlich auf dem Wege der photographischen Kopierprozesse mancherlei Schwierigkeiten. So ist es beispielsweise schwer, im Bilde neutrale schwarze oder graue Farbtöne mit Sicherheit zu erhalten und gleichzeitig zu grelle und unwahr wirkende Farben selbst bei Verwendung vollkommen einwandfreier Teilnegative zu vermeiden. Bei den photomechanischen Pressendruckverfahren, mit deren Hilfe oft sehr schöne Drei- und Mehrfarbendrucke hergestellt werden, müssen diese Mängel durch Anwendung ausgiebiger Retusche der Teilnegative und Druckplatten beseitigt werden. Bei den Kopierprozessen, die im photographischen Dreifarbenverfahren Anwendung finden, ist aber eine solche Retusche höchstens in beschränktem Umfange durchführbar.

Es wurde nun ein einfacher Weg gefunden, um auch bei der photographischen Dreifarben-Kopier-

[1] Engl. Patent vom Jahre 1855.

[2] Sitzungsber. d. Wiener photograph. Gesellsch., Januar 1878.

[1] A. v. Hübl: Die Dreifarbenphotographie. Halle a. S.: W. Knapp.

Digitized by Google

technik die genannten Schwierigkeiten auf ein Mindestmaß herabzudrücken. Durch einen Kunstgriff ist es möglich, neutrale schwarze und graue Farbtöne viel besser im Dreifarbenbilde abzustimmen und auch die übrigen Farbtöne richtiger und naturwahrer wiederzugeben als bisher. Vergleichsbilder, die unter Benutzung der gleichen Teilnegative nach dem alten und nach dem neuen Verfahren angefertigt wurden, zeigen deutlich die Überlegenheit des letzteren. Da auch dieser Kunstgriff Gegenstand einer Patentanmeldung ist, können zur Zeit noch keine näheren Angaben über das Verfahren veröffentlicht werden.

Katalytische Bildung von Erdölkohlenwasserstoffen aus Fetten[1].

Von **J. Marcusson** und **W. Bauerschäfer.**

In einer Reihe von Abhandlungen hat A. Mailhe nachgewiesen, daß durch katalytische Zersetzung der Fette und nachfolgende Hydrierung beträchtliche Mengen von Erdölkohlenwasserstoffen gebildet werden. Er leitete[2] z. B. Leinöldampf bei 600 bis 650° über Mischkalysatoren von Kupfer und Magnesia oder Kupfer-Tonerde und erhielt neben heiz- und leuchtkräftigen Gasen als Destillat eine schwachsaure, gelbliche, von 40 bis 250° siedende Flüssigkeit. Diese wurde von Verseifbarem durch Behandeln mit Lauge befreit, das Unverseifbare wurde fraktioniert, die von 70 bis 150° siedenden Anteile wurden in Gegenwart von Nickel bei 180° hydriert. Das Hydrierungsprodukt war ein farbloses brennbares Öl von angenehmem Geruch; es enthielt neben Benzol und Xylol hydroaromatische Verbindungen. Durch fraktionierte Destillation erfolgte Zerlegung in ein Benzin vom spez. Gewicht 0,76 und ein Leuchtpetroleum vom spez. Gewicht 0,86.

Bei dieser Arbeitsweise werden indessen, wie Mailhe selbst angibt[3], weder schwere noch viskose Öle erhalten.

Wurden jedoch die zwischen 240 und 280° siedenden Kohlenwasserstoffe vor der Hydrierung mit Chlorzink erhitzt, so wandelten sie sich infolge Polymerisation teilweise in viskose, über 330° siedende Öle um. Mittels der beschriebenen Reaktionen glaubt Mailhe[4] in Ländern, welche reich an Pflanzenölen, dagegen erdölarm sind, eine Industrie künstlicher Erdöle ins Leben rufen zu können. Das Verfahren erscheint recht kostspielig.

Von uns wurde festgestellt, daß die Umwandlung der Fette schon bei weit niedrigeren Temperaturen erfolgt als Mailhe sie anwandte. Das von Mailhe erhaltene Kohlenwasserstoffgemisch ist ein sekundäres Zersetzungsprodukt, primär entstehen schwere Öle. Zur Herstellung dieser Öle ist es erforderlich 1. die Reaktionstemperatur bedeutend zu erniedrigen, 2. eine Destillation zu vermeiden, weil diese unbedingt zu Zersetzungen führt. Wir verfuhren in Anlehnung an frühere Untersuchungen[5] von J. Marcusson über Bildung von Zeresinkohlenwasserstoffen aus Montanwachs folgendermaßen:

Das umzuwandelnde Öl oder Fett wurde mit ein Fünftel seines Gewichtes an Kieselgur (ungeglüht) oder Kochsalz 20 St. im Sandbade zum Sieden erhitzt. Die sich bildenden Spaltungsprodukte wurden durch einen auf den Kolben aufgesetzten Kühler verdichtet, tropften zurück und verhinderten hierdurch einen zu hohen Anstieg der Temperatur, die nicht über 300° hinausging. Schon nach kurzer Zeit trat infolge Bildung fluoreszierender schwerer Kohlenwasserstoffe Dunkelgrünfärbung ein. Nach beendeter Erhitzung wurde das Reaktionsprodukt vom Katalysator getrennt und mit Lauge von verseifbaren Resten befreit. Das so gewonnene Unverseifbare hatte, je nachdem, ob das stark ungesättigte Leinöl und der überwiegend aus gesättigten Glyzeriden bestehende Talg verwendet war, ein zwischen 0,87 und 0,92 liegendes spezifisches Gewicht und die Jodzahl 29 bis 52. Es bestand in der Hauptsache aus gesättigten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen, enthielt außerdem nach der Azetylzahl (13 und 16) Alkohole und nach der Azetylzahl der hydrierten Produkte (32 und 61) noch Ketone. Die Konsistenz war beim Leinölverseifbaren mäßig zähflüssig, bei dem Talgerzeugnis dünnsalbig. Beide Produkte fluoreszierten grün. Bei der fraktionierten Destillation des Talgunverseifbaren ging bis 300° (beginnend bei 150°) 18% Petroleum über, der Rückstand war zähflüssiger geworden, das spezifische Gewicht war von 0,87 auf 0,91 gestiegen.

Eigenschaften des Unverseifbaren aus erhitztem Leinöl und Talg.

Unverseifbares aus	Äußere Erscheinungen	Spezifisches Gewicht bei 20°	Jodzahl	Azetylzahl	
				im ursprünglichen Zustand	nach vorherigem Hydrieren
Leinöl	mäßig zähflüssig, braun, grün fluoreszierend	0,9219	52	13,3	31,8
Talg	dünnsalbig, braun	0,8762	29,3	16,6	61,3

Im einzelnen sind die erhaltenen Werte in der Tabelle zusammengestellt. Vergleicht man die Eigenschaften der künstlichen Mineralöle mit dem Verhalten natürlicher, so fällt ohne weiteres der durch die Jodzahlen gekennzeichnete höhere Gehalt der Kunstprodukte an ungesättigten Kohlenwasserstoffen auf. Die Bildung des natürlichen Erdöls erfolgt in der Natur bei weit niedrigeren Wärmegraden, als sie bei den Versuchen zur Anwendung kamen; soweit ungesättigte Spaltstücke entstehen, polymerisieren sie sich mit der Zeit.

Der Gehalt der Kunstöle an Alkoholen und Ketonen ist größer als beim natürlichen Erdöl. Das ist erklärlich, da die Erdölbildung unter Druck vor sich geht. Dabei werden primär etwa entstandene Alkohole und Ketone größtenteils zersetzt.

[1] Original: Chem.-Zg. 1925, S. 1045.
[2] Chem. Zentralbl. 1921 IV, S. 1190.
[3] Chem. Zentralbl. 1923 IV, S. 504.
[4] Chem. Zentralbl. 1925 I, S. 2420.
[5] Z. angew. Chem. Bd. 37. S. 413. 1924.

Digitized by Google

Die vorgenommene Untersuchung zeigt mit aller Deutlichkeit, daß beim Erhitzen von Fetten mit Katalysatoren primär schwere hochsiedende Kohlenwasserstoffe entstehen. Von J. Marcusson ist bereits 1905 darauf hingewiesen, daß auch bei der natürlichen Erdölbildung, soweit sie nicht ausnahmsweise katastrophenartig erfolgt, schwere Öle vor den leichtflüchtigen gebildet sein müssen. So ist es zu erklären, daß sich die optisch aktiven Stoffe in der Schmierölfraktion anreichern. Durch Polymerisation des fast inaktiven Leichtöls (Protopetroleums) können die stark aktiven Maschinen- und Zylinderöle nicht entstanden sein. Auch das Vorkommen von erdwachsartigem Paraffin (Protoparaffin) in den schweren Ölen weist auf deren primäre Entstehung hin, da das hochmolekulare Protoparaffin leicht unter Bildung von kristallisiertem Pyroparaffin zerfällt und aus diesem nicht wieder aufgebaut werden kann.

Autoxydation der Mineralöle[1].

Von J. Marcusson und W. Bauerschäfer.

Die Autoxydation der Mineralöle spielt in der Technik überall da eine bedeutsame Rolle, wo ein und dasselbe Öl, wie z. B. im Transformatoren- und Turbinenbetriebe, längere Zeit verwandt wird. Es entstehen Säuren, welche das Metall angreifen und durch die erfolgende Metallseifenbildung zu den gefürchteten Schlammabsätzen führen. Über die Natur der Säuren ist noch wenig bekannt. Um diese Lücke auszufüllen und hierdurch die Vorgänge bei der Autoxydation der Mineralöle weiter zu klären, haben wir eine eingehende Untersuchung der unter dem Einfluß des Sauerstoffes sich bildenden Säuren vorgenommen. Als Ausgangsmaterial dienten zwei verschiedene Öle, ein normales Transformatorenöl und ein Weißöl, das mit rauchender Schwefelsäure gereinigt war. Ersteres Öl wurde im unraffinierten Zustand verwandt. Die Eigenschaften beider Öle sind in der Tabelle 1 zusammengestellt. Danach hat das Weißöl eine ganz ungewöhnlich hohe Verteerungszahl.

Tabelle 1. Pysikalisches und chemisches Verhalten zweier Transformatorenöle.

Art des Öles	Äußere Beschaffenheit (im Reagenzglas)	Spezifisches Gewicht bei 20° C	Flüssigkeitsgrad bei 20°	Flüssigkeitsgrad bei 50°	Verhalten bei − 5°	Flammpunkt im offenen Tiegel °C	Freie Säure	Harz	Asche %	Schwefel %	Verteerungszahl
Normales Transformatorenöl	wenig zähflüssig, braungelb, klar, nach Mineralöl richend	0,891	3,09	1,59	fließend klar	154	säurefrei	fehlt	0,015	—	0,88
Weißöl	wenig zähflüssig, wasserhell, klar, schwach nach Mineralöl riechend	0,842	3,98	1,82	nichtfließend, dünn- bis dicksalbig getrübt	181	säurefrei	fehlt	fehlt	0,015	14,5

Das Blasen der Öle erfolgte durch 70stündiges Einleiten von Sauerstoff bei 120°. Die so oxydierten Öle wurden mit 50proz. alkoholischer Natronlauge 20 Min. am Rückflußkühler auf dem Dampfbade unter Umschütteln erhitzt. Nach dem Erkalten wurde im Scheidetrichter die untere wässerig-alkoholische Seifenlösung abgetrennt und behufs Entfernung gelösten Mineralöls noch mit Petroläther ausgeschüttelt. Dann wurde angesäuert, das Säuregemisch mit Benzol ausgezogen und mineralsäurefrei gewaschen. Die aus dem gewöhnlichen Transformatorenöl abgeschiedenen Säuren waren dunkelbraun, von zäher, fadenziehender Beschaffenheit und naphthensäureartigem Geruch; sie waren durch Normalbenzin zerlegbar in 60% lösliche ölige und 40% unlösliche asphaltartige Säuren. Die öligen Säuren hatten die Säurezahl 66, Verseifungszahl 130, Azetylzahl 58 und Jodzahl 16. Das mittlere Molekulargewicht (nach Rast) betrug 285. Die Kupfersalze waren im Benzin mit grüner Farbe völlig löslich. Im Gegensatz zu normalen Naphthensäuren hatten die vorliegenden Produkte ein spezifisches Gewicht über 1 und bildeten mit Formaldehyd und Schwefelsäure keinen Formolit. Das gesamte Verhalten weist auf Vorliegen von Oxynaphthensäuren hin, welche aus gesättigten Naphthenen des Ausgangsmaterials gebildet sind.

Die benzinunlöslichen asphaltartigen Säuren hatten nahezu die gleiche Säurezahl und Jodzahl wie die öligen Verbindungen, dagegen doppelt so hohe Verseifungs- und Azetylzahl (265 und 127). Offenbar sind die asphaltartigen Säuren aus ungesättigten Kohlenwasserstoffen, z. B. Naphthylenen, durch Zusammenschluß zweier Moleküle unter Einlagerung von Sauerstoff entstanden.

Aus dem geblasenen Weißöl wurden weit größere Mengen Säure gewonnen als aus dem gewöhnlichen Transformatorenöl. Behandeln der Öle mit rauchender Schwefelsäure wirkt also für Zwecke der Transformatorenisolierung ungünstig. Die Säuren des oxydierten Weißöls haben, wie schon W. Brauen[1] festgestellt hat, scharfen, stechenden Geruch, sie greifen das Metall des Transformators stark an, bilden aber keinen oder nur sehr wenig Schlamm, weil die Salze im Öl löslich sind. Das von uns abgeschiedene Säuregemisch war nicht teerig, sondern rein ölig und braun gefärbt. Durch Benzin konnten 10% unlösliche Bestandteile abgetrennt werden; die löslichen Säuren hatten die Säurezahl 121,

[1] Originalarbeit: Chem.-Zg. 1925, S. 1045.

[1] Chem. Revue 1914. 21, S. 139.

Digitized by Google

Verseifungszahl 240, Azetylzahl 44, Jodzahl 16 und mittleres Molekulargewicht (nach Rast) 357. Das spezifische Gewicht betrug 1,014, Formolitbildung trat beim Behandeln mit Formaldehyd und Schwefelsäure nicht ein.

Da die Säuren aus angesäuerter Jodkalilösung Jod freimachen, wurden sie von W. Brauen als Peroxydsäuren angesprochen. Der Peroxydgehalt ist indessen gering, was ja auch nach der vorangegangenen Alkalibehandlung erklärlich ist. Wir fanden den Gehalt an aktivem Sauerstoff zu 0,06%, dagegen wies das ungelaugte Öl 0,24% aktiven Sauerstoff auf. Peroxyde entstehen bekanntlich fast durchweg bei Autoxydationen.

Die Eigenschaften der aus beiden Transformatorenölen abgeschiedenen Säuren sind in Tabelle 2 und 3 übersichtlich zusammengestellt.

Tabelle 2. Eigenschaften der oxydierten Säuren aus gewöhnlichem Transformatorenöl.

Art der Säuren	Spez. Gewicht	Säurezahl	Verseifungszahl	Azetylzahl	Jodzahl	Mittleres Mol.-Gewicht nach Rast	Löslichkeit des Kupfersalzes in Benzin
Benzinlösliche ölige Säuren	über 1	66	130	58	16	285	völlig löslich
Benzinunlösliche asphaltartige Säuren	dgl.	67	269	127	18	—	dgl.

Tabelle 3. Eigenschaften der oxydierten Säuren aus Weißöl.

Äußere Beschaffenheit	Spezifisches Gewicht	Säurezahl	Verseifungszahl	Acetylzahl	Jodzahl	Mittleres Mol.-Gewicht nach Rast	Löslichkeit der Kupfersalze in Benzin	Gehalt an aktivem Sauerstoff %
sehr zähflüssig, braun, naphthensäureartig riechend	1,014	121	240	44	16	357	völlig löslich	0,06

Die Vorgänge beim Erhitzen und Eintrocknen fetter Öle.

Von **J. Marcusson.**

Beim Erhitzen fetter Öle unter Luftabschluß auf Temperaturen von etwa 300° treten starke Veränderungen ein. Leinöl z. B. verdickt sich mehr und mehr unter gleichzeitiger Erniedrigung der Jodzahl; es entstehen Produkte, die als Buchdruckfirnis, lithographischer Firnis, Dicköl, Standöl bezeichnet und in erheblichem Umfange technisch verwendet werden. Gänzlich anderes Verhalten als Leinöl und die Mehrzahl der trocknenden Öle zeigt beim Erhitzen das chinesische Holzöl. Es wird zwar zunächst ebenfalls dicker, dann aber tritt ein Punkt ein, bei welchem die ganze Masse fest wird. Dieser Vorgang hat mit Rücksicht auf die technische Bedeutung von jeher die Forscher beschäftigt und mannigfaltige Auslegungen erfahren. Daß beim Festwerden Polymerisation eine Rolle spielt, wurde von Anfang angenommen.

Nach Kronstein[1] verläuft die Polymerisation des Holzöles mesomorph, d. h. unter Bildung eines Zwischenproduktes, das zunächst im Überschuß des monomolekularen Körpers unter Verdickung desselben löslich ist. Bei Fortsetzung der Erhitzung kommt dann aber ein Punkt, bei welchem die ganze Masse gelatinös erstarrt unter Bildung des unlöslichen Endpolymerisationsproduktes. Letzteres wird als eine Verbindung des Zwischenproduktes mit dem monomolekularen Körper bezeichnet.

Im Gegensatz zur mesomorphen steht nach Kronstein die euthymorphe Polymerisation, bei welcher der monomolekulare Körper, ohne seine Konsistenz zu ändern, den polymeren Körper ausscheidet. Als Typus der mesomorphen Polymerisation gilt das Styrol, welches beim Erhitzen zunächst in das noch lösliche Polystyrol, schließlich in das unlösliche glasige Metastyrol übergeht.

[1] Berl. Ber. 1916, S. 724.

Zugunsten der Kronsteinschen Auffassung über die Polymerisation des Holzöls hat sich v. Schapringer[1] ausgesprochen im Gegensatz zu W. Fahrion[2] und H. Wolff[3]. Fahrion hat besonders darauf hingewiesen, daß ein lösliches Zwischenprodukt, welches dem Polystyrol entsprechen würde, beim Erhitzen des Holzöls nach Versuchen v. Schapringers nicht auftrete, daß sich die Kennzahlen des Holzöls in ganz anderer Weise als diejenigen des Styrols ändern, und daß sich monomolekulares Holzöl aus geronnenem nicht wie Styrol aus Metastyrol zurückgewinnen lasse.

Das Festwerden des Holzöls erklärt Fahrion in der Weise, daß die Polymerisationsprodukte in unverändertem Öl bis zu einem gewissen Prozentsatz löslich seien, und daß bei Überschreitung dieser Grenze Gerinnung eintritt. Das eigentliche Polymerisationsprodukt könne zwar für sich in Benzol unlöslich, aber bei Gegenwart von unverändertem Öl bis zu einem gewissen Grade löslich sein.

In den Ausführungen H. Wolffs ist der Nachweis bemerkenswert, daß geronnenes Holzöl durchaus nicht in allen Lösungsmitteln unslöslich ist. Er konnte aus einem auf 200° bis gerade zum Festwerden erhitzten Öl durch Verreiben der erhaltenen elastischen Gelatine mit Sand und Ausziehen durch Äther (im Extraktionsapparat) etwa 80% Öl gewinnen; demgemäß spricht er das geronnene Holzöl als eine feste Lösung des Umwandlungsproduktes in unverändertem Öl an.

Diese Erklärung steht freilich mit den nachfolgend beschriebenen, von mir vorgenommenen Versuchen nicht ganz in Einklang: 30 g durch Erhitzen auf 200 bis 250° zum Festwerden gebrachtes Holzöl wurden nach Vermischen mit Sand im Extraktionsapparat erschöpfend

[1] Diss. Karlsruhe 1912.
[2] Farben-Zg. 1913, Nr. 45.
[3] Ebendaselbst S. 1171.

Digitized by Google

mit Äther ausgezogen. Der Auszug, 40%, konnte durch Behandeln mit 10 Raumteilen Azeton bei Zimmerwärme zerlegt werden in 12% einer dicköligen, nichtfließenden Masse und 88% eines Öles, das nicht viel dicker als das ursprüngliche Holzöl und wie dieses mit Azeton in jedem Verhältnis mischbar war. Das Dicköl bestand nach Jodzahl (89) und Molekulargewicht (1670) aus bimolekularem Eläosterarinsäuretriglyzerid, das azetonlösliche Produkt aus einem Gemisch von unverändertem Holzöl mit geringen Mengen Dicköl. Das Molekulargewicht betrug 985. Beim Erwärmen, ja schon bei einigem Stehen an der Luft, geht das an sich noch in Benzol, Äther, Chloroform lösliche Dicköl in eine unlösliche, feste Masse über.

Die aus letzterer erhältlichen Fettsäuren haben nun bemerkenswerterweise etwa die gleiche Jodzahl wie die Säuren des Dickölns (86,5) und diejenigen Fettsäuren, welche aus dem ätherunlöslichen festen Erhitzungsprodukt des Holzöls abscheidbar waren (Jodzahl 80,6).

Aus diesen Versuchen ist folgendes zu schließen: Im geronnenen Holzöl finden sich neben Oxydationsprodukten und Anhydriden drei Bestandteile: unverändertes Öl, öliges und festes Polymerisationsprodukt; die Mengenverhältnisse sind wechselnd, je nach den Erhitzungsbedingungen. Das ölige und feste Polymerisationsprodukt sind chemisch nicht verschieden, sie verhalten sich wie ein Sol zum Gel.

Die neue Erklärung beseitigt alle Schwierigkeiten und läßt zahlreiche, beim Erhitzen des Holzöls gemachte Einzelbeobachtungen verständlich erscheinen. So kann man bekanntlich das für die Lacktechnik sehr störende Festwerden des Holzöles beim Erhitzen vermeiden durch Zusatz von Kolophonium, Naphthensäure[1] oder Leinöl. Es ist aber irrig, anzunehmen, wie das bisher vielfach geschehen ist, daß durch diese Zusätze die Polymerisation verhindert oder anders geleitet werde; es unterbleibt vielmehr lediglich der Übergang des im erhitzten Öl enthaltenen Sols in das Gel.

Andererseits wird das Festwerden, d. h. die Gelbildung, begünstigt durch Einblasen von Luft, durch Temperatursteigerung sowie durch Zusatz von etwas gelatiniertem Öl.

Geronnenes Holzöl ändert bekanntlich bei mäßiger Steigerung der Temperatur seinen Aggregatzustand nicht mehr. Läßt man jedoch zunächst erkalten und erhitzt dann von neuem, so wird nach Kronstein[2] die Masse dickölig, kann aber wiederum zum Gerinnen gebracht werden. Der Schmelzprozeß und die erneute Gelatinierung sollen sich bei einiger Vorsicht beliebig oft wiederholen lassen. Kronstein erklärt diesen Vorgang durch Depolymerisation und Polymerisation gemäß seiner Anschauung, daß in dem festen Gerinnungsprodukt ein höhermolekularer Körper als in dem Dickölvorliege.

Viel näher liegt aber die Annahme eines wechselweisen Überganges vom Gel zum Sol. Im Verhältnis Gel—Sol dürften auch Metastyrol und das von Kronstein als Zwischenprodukt der Polymerisation angesehene Polystyrol zueinander stehen. Kronstein hat zugunsten seiner Auffassung, nach der Metasyrol eine Verbindung von Polystyrol mit Styrol sei, folgende Beobachtung angeführt: „Beim Erhitzen gleicher Mengen Polystyrol und Styrol löst sich das erstere zunächst auf, dann tritt Gerinnen der Lösung ein. In dem gelatineartigen Reaktionsprodukt (Metastyrol) ist durch Ausziehen mit Lösungsmitteln weder Polystyrol noch monomolekulares Styrol nachweisbar."

Demgegenüber ist darauf hinzuweisen, daß sich Metastyrol auch bei alleinigem Erhitzen von Styrol bildet, und daß Zusatz von Polystyrol die Reaktion wohl nur befördert, ebenso wie die Gerinnung des Holzöls durch Zusatz von etwas gelatiniertem Öl beschleunigt werden kann (s. oben). Zudem hat eine Nachprüfung des Kronsteinschen Versuches ergeben, daß die als Metastyrol bezeichnete glasige Verbindung durchaus nicht in allen Lösungsmitteln unlöslich ist, sondern ebenso wie geronnenes Holzöl durch Verreiben mit Sand und nachfolgende Ätherextraktion (im Soxhlet) zerlegt werden kann. Man erhält im Ätherauszug ein Gemenge von Styrol und Polystyrol, unlöslich bleibt das eigentliche Metastyrol. Letzteres kann somit keinesfalls als eine Verbindung von gleichen Teilen Polystyrol und monomolekularem Styrol angesprochen werden. Für die Beurteilung der Beziehungen zwischen Polystyrol und Metastyrol ist wichtig die Beobachtung Kronsteins[1], daß die Zwischenprodukte der Polymerisation meistens in Benzol lösliche Körper sind, die sich wie richtige chemische Verbindungen verhalten und je nach ihrer Natur sich bromieren, nitrieren usw. lassen, während aus dem gelatinösen Endprodukt Derivate bis jetzt nicht hergestellt werden konnten. Durch Nitrierung und Bromierung der Endprodukte erhält man nur die nitrierten und bromierten Zwischenprodukte."

Diese Versuche, aus denen Kronstein auffälligerweise keine weiteren Schlüsse gezogen hat, weisen im Hinblick auf die übrigen Verhältnisse ungezwungen darauf hin, daß Polystyrol und Metastyrol im Verhältnis Sol und Gel zueinander stehen. Daß beide in chemischer Hinsicht keine Verschiedenheiten zeigen, ist auch von Stobbe und Posnjak nachgewiesen worden.

Nach alledem ist zu schließen, daß die Polymerisation weder beim Erhitzen des Holzöls noch des Styrols mesomorph im Sinne Kronsteins verläuft. In beiden Fällen bleibt das Polymerisationsprodukt zunächst im Öl gelöst, unter Verdickung desselben, um bei fortgesetzter Erhitzung größtenteils in den Gelzustand überzugehen. Will man den Begriff „mesomorph" im Gegensatz zu „euthymorph" beibehalten, so ist die Definition sinngemäß zu ändern.

Die beim Erhitzen des Holzöls auftretenden technischen Schwierigkeiten fallen beim Erhitzen des Leinöls fort. Zwar vermögen die sich bildenden bimolekularen Polymerisationsprodukte ebenso wie beim Holzöl unlösliche Gele zu bilden, unter normalen Umständen bleibt es aber bei der Bildung des Sols, weil das Leinöl sich während des Erhitzens nicht unbeträchtlich stärker als Holzöl spaltet unter Entstehung freier Fettsäuren, welche der Gelbildung entgegenwirken. Entfernt man die freien Säuren gleich nach ihrer Entstehung, indem man das

[1] D. R. P. 253845.

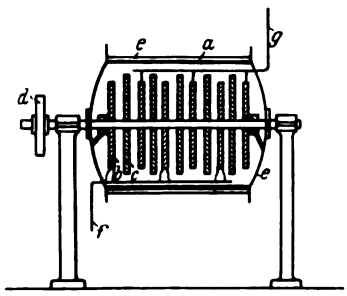
[2] Berl. Ber. 1916, S. 726.

[1] Berl. Ber. 1916, S. 723.

Digitized by Google

Erhitzen entweder im Vakuum vornimmt oder einen kräftigen Strom indifferenten Gases durch den Heizkessel bläst, so tritt ebenso wie beim Holzöl Gelatinieren ein.

Außer durch Lufteinblasen und Erhitzen auf höhere Temperatur erfolgt die Verdickung fetter Öle in der Technik durch elektrische Glimmentladung nach dem de Hemptinneschen Verfahren. Die nach diesem Verfahren herstellbaren Voltolöle haben während des Krieges sehr an Bedeutung gewonnen. Zu ihrer Gewinnung verwendet man hauptsächlich Rüböl und Tran. Sie werden zunächst durch Einblasen von Luft vorverdickt, dann erst setzt die elektrische Behandlung ein. Diese erfolgt in dem nebenstehend skizzierten Apparat. Er besteht aus einer Trommel *a*, in der auf einer gemeinschaftlichen Achse eine Reihe von Platten oder Scheiben mit gegenseitigem Abstand von einigen Millimetern angeordnet sind, die abwechselnd aus Metall und Glas bestehen. Von den Metallscheiben *b* sind die ungeradzahligen unter sich und mit dem einen Pol einer Elektrizitätsquelle durch einen Leiter *f* verbunden; ebenso stehen die geradzahligen unter sich und mit dem entgegengesetzten Pol durch einen Leiter *g* in Verbindung. Die Glasscheiben *c* haben einen größeren Durchmesser als die Metallscheiben. Die Trommel wird vermittels Riemenscheibe *d* in Drehung versetzt; sie ist auf der Innenwandung parallel zur Achse mit Schöpfrinnen besetzt. Man verwendet soviel Öl, daß während des Drehens der Trommel ein ständiges Berieseln der Platten gesichert ist. Die Operation wird im luftverdünnten Raume (Druck $^1/_{10}$ Atm. oder weniger) vorgenommen unter Verwendung eines Stromes von 8 bis 10 Kilowatt.



In der folgenden Tabelle 1 sind die wichtigsten Eigenschaften einiger Voltolöle zusammengestellt. Verwendet werden die Voltolöle meistens in Mischung mit Mineralölen zu Schmierzwecken. Solche Mischungen haben sich z. B. als Ersatz für Rizinusöl im Umlaufmotor von Flugzeugen bewährt.

Tabelle 1. Eigenschaften von Rüböl- und Tranvoltol.

Art des Öles	Spez. Gew. bei 15°C	Brechungsexponent bei 15°	Flüssigkeitsgrad bei 100°	Säurezahl	Jodzahl	Mittleres Molekulargewicht
Rüböl-voltol ..	0,9740	1,485	83,6	11,7	52	1200
Tran-voltol ..	0,9819	1,485	74,9	15,4	51	1000

Die hohe Zähigkeit der Voltolöle ist zum Teil auf Bildung von Oxydationsprodukten und auf intramolekulare Polymerisation während des anfänglichen Blasens zurückzuführen, hauptsächlich aber durch Entstehung dimolekularer Glyzeride unter dem Einfluß der elektrischen Glimmentladung bedingt. Auf Gegenwart solcher Glyzeride weisen die festgestellten Molekulargewichte (1200 für Rübölvoltol und 1000 für Tranvoltol) hin, die beträchtlich größer sind als die Molekulargewichte der unbehandelten Öle, ohne freilich die Höhe zu erreichen, welche bei stark eingedicktem Leinöl (Lithographenfirnis) festgestellt wurde (1755). Die polymeren Glyzeride sind in den Voltolölen als Sol gelöst und führen daher zur starken Verdickung. Ein Teil scheidet sich jedoch während der Voltolherstellung in Gelform aus und findet sich in grauweißen, fischartigen Abscheidungen. Aus diesen kann man die Gele durch Azeton als feste, weiße Glyzeride abscheiden, die unschmelzbar und in allen Lösungsmitteln unlöslich sind.

Ein gewisser Mangel der Voltolöle liegt darin, daß ihre Viskosität beim Erhitzen zurückgeht. So war die Zähigkeit eines Rübölvoltols nach 8stündigem Erhitzen auf 150° von 83,6 auf 57, eines Tranvoltols von 74,9 auf 46 gesunken. Es wurde zunächst angenommen, daß diese Erscheinung auf Depolymerisation zurückzuführen sei. Eine nähere Untersuchung ergab jedoch, daß nach dem Erhitzen Molekulargewicht, Jodzahl sowie spezifisches Gewicht nahezu unverändert geblieben waren, und daß der Rückgang der Viskosität auf physikalische Zustandsänderung der Polymerisationsprodukte zurückzuführen war. Neuerdings soll es gelungen sein, hitzebeständige Voltolöle herzustellen.

Der Verlauf der Polymerisation beim Erhitzen trocknender Öle geht nach Vorstehendem derart vor sich, daß sich zwei oder mehrere Moleküle unter Bildung eines Vierringes zusammenschließen.

Eine andere Theorie ist von A. H. Salvay vertreten worden. Salvay hat beobachtet, daß beim Erhitzen von Leinölfettsäure in einer Kohlensäureatmosphäre (250 bis 270°) Jodzahl und Verseifungszahl zurückgingen, während bei gleichartiger Behandlung der im wesentlichen gesättigten Palmölfettsäure die Konstanten keine Änderung zeigten, wie aus Tabelle 2 hervorgeht.

Tabelle 2. Konstanten erhitzter Fettsäuren nach Salvay.

		Säurezahl	Verseifungszahl	Jodzahl
Palmölfettsäuren	unerhitzt	199	200	55
	erhitzt	198	201	54,5
Leinölfettsäuren	unerhitzt	191,5	191,1	200,7
	erhitzt	181,1	198,5	176,9

Wurde entsäuerter Waltran im Einschmelzrohr unter Zusatz freier Fettsäure erhitzt, so sank die Jodzahl stärker als in Abwesenheit der Säure, Zusatz von Glyzerin verzögerte die Abnahme.

Salvay schließt aus seinen Versuchen, daß bei der Polymerisation nicht eine gegenseitige Absättigung der Doppelbindungen erfolgt, vielmehr soll sich schon vorhandene oder sich abspaltende freie Fettsäure durch die Karboxylgruppe mit einem ungesättigten, an Glyzerin gebundenen Fettsäureradikal verbinden.

Es würde sich also nicht um eine wahre Polymerisation, sondern um Pseudopolymerisation (nach Staudinger) handeln, die erhaltenen Kondensationsprodukte wären auf eine Stufe zu stellen mit der von Krafft und

Digitized by Google

Brunner[1] beim Destillieren der Rizinusölsäure erhaltenen Bisundezylensäure

$$CH_2 = CH(CH_2)_8 - CO - O(CH_2)_{10} - CO\,OH.$$

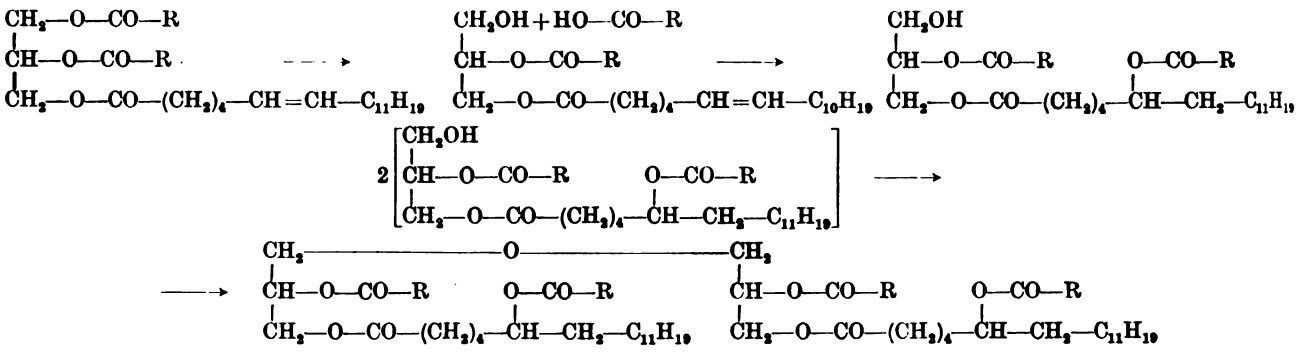
Im einzelnen erklärt Salvay den Polymerisationsvorgang folgendermaßen:

1. Phase: Abspaltung eines Fettsäuremoleküls aus dem Glyzerid unter Bildung eines Diglyzerides.

2. Phase: Anlagerung freier Fettsäure an die Doppelbindung eines ungesättigten Säureradikals des Diglyzerides.

3. Phase: Verätherung zweier Diglyzeridmoleküle unter Abspaltung von Wasser.

Die Reaktionsfolge veranschaulichen die nachfolgenden Formeln:



Salvays Hypothese steht nicht im Einklang mit den Ergebnissen einer älteren Untersuchung von Ubbelohde und v. Schapringer[2] über das Verhalten der Holzölsäure beim Erhitzen. Die genannten Forscher haben reine Eläostearinsäure durch mehrfaches Umkristallisieren roher Holzölsäure aus Alkohol hergestellt und diese in Bomben, die mit Kohlensäure oder Stickstoff gefüllt waren, längere Zeit auf 200 bis 250° erhitzt. Nach je einer Stunde wurden Proben entnommen und auf Jodzahl, Lichtbrechungszahl, Säurezahl, Verseifungszahl und Konsistenz geprüft.

Die Ergebnisse sind in der Tabelle 3 zusammengestellt.

Tabelle 3. Verhalten der Holzölsäure beim Erhitzen.

Erhitzungsdauer	Jodzahl	Säurezahl	Verseifungszahl
1 Stunde	132	192	197
2 Stunden	109	192	203
3 „	103	186	199
4 „	99	175	—
5 „	96	—	—
6 „	93	—	—
7 „	89	—	—
8 „	88	—	—

Ubbelohde und v. Schapringer schließen aus ihren Versuchen: „Während des Erhitzens wurde das Produkt immer weicher, die Jodzahl sank sehr schnell, ebenso der Brechungsexponent, was auf Polymerisation deutet. Auch die Säurezahl sank, während die Verseifungszahl konstant blieb. Das will heißen, daß keine Zersetzung bei dem Vorgang eintritt. Andererseits aber weist das Herabgehen der Säurezahl auf eine Anhydrid- oder Laktonbildung.“ Diesen Folgerungen ist zuzustimmen. Bemerkenswert ist, daß die Jodzahl weit mehr und schneller sinkt als die Säurezahl. Wäre die Salvaysche Erklärung des Polymerisationsvorganges richtig, so müßten Säure- und Jodzahl in gleichem Maße abnehmen.

Noch weit mehr als die angeführten Versuche spricht gegen die Salvaysche Anschauung das nachstehend beschriebene Verhalten polymerisierter Öle gegen alkoholische Lauge. Diese spaltet Pseudopolymere von der Art der Bisundezylensäure, die als Undezylensäureester einer Oxyundezylsäure anzusehen ist, unter Rückbildung monomolekularer Säure. Wahre Polymere, welche den Kohlenstoffvierring enthalten, werden dagegen nicht zersetzt.

Es kommt also darauf an, die Molekulargröße der aus polymerisierten Ölen abscheidbaren Fettsäuren zu ermitteln. Dabei ist allerdings zu berücksichtigen, daß diese Öle Mischungen von umgewandeltem und unverändertem Öl darstellen. Zur Erzielung eindeutiger Ergebnisse bei der Molekulargewichtsbestimmung ist es daher erforderlich, die beiden Ölbestandteile vor der Verseifung voneinander zu trennen. Diese Trennung läßt sich am leichtesten beim chinesischen Holzöl vornehmen, weil die Polymerisationsprodukte ein in allen Lösungsmitteln unlösliches Gel bilden. Bei einem hier vorgenommenen Versuch wurde das Holzöl in einer Kohlensäureatmosphäre auf 280° erhitzt und nach dem Gerinnen noch etwa eine Stunde bei dieser Temperatur gehalten. Das Reaktionsprodukt wurde in feiner Verteilung zunächst mit Azeton, dann mit Benzol und schließlich mit Alkohol extrahiert. Die beiden letzteren lösten nur noch wenig. Der unlösliche Rückstand (50 bis 60% des Holzöls) wurde verseift, die abgeschiedenen Säuren waren im Gegensatz zum Ausgangsmaterial nicht kristallinisch, sondern dickölig und hatten das Molekulargewicht 560, bestimmt nach Rast in Kampfer, 440 bestimmt nach Beckmann in Eisessig, im Mittel also 500.

Schwieriger als beim Holzöl liegen die Verhältnisse beim Leinöl. Dieses wird unter normalen Umständen beim Erhitzen nicht fest. Es entstehen beträchtliche Mengen freier Fettsäuren, welche die Gelbildung verhindern. Man gelangt jedoch zum Ziele, wenn man durch das Leinöl während des Erhitzens auf 280 bis 300° einen lebhaften Kohlensäurestrom hindurchleitet; die Kohlensäure reißt einen Teil der sich bildenden Fett-

[1] Berl. Ber. Bd. 17, S. 2985. 1884.

[2] Ubbelohde: Chemie, Analyse und Technologie der Öle und Fette, Bd. II, S. 351. Leipzig 1920.

Digitized by Google

säuren mit sich fort. Aus der entstehenden Gallerte wird das unveränderte Öl durch wiederholtes Behandeln mit einem Gemisch von Benzol und Azeton ausgezogen (wobei allerdings auch ein Teil des Gels in Lösung geht), der unlösliche Rückstand wird verseift. So erhält man dickölige Fettsäuren, für deren Molekulargewicht nach Rast der Wert 574, nach Beckmann in Eisessig der Wert 460, im Mittel also 517 gefunden wurde (normale Fettsäuren haben Molekulargewicht 280).

Damit ist erwiesen, daß beim Erhitzen fetter Öle wahre Polymere entstehen, die durch Alkali nicht depolymerisiert werden. Pseudopolymere bilden sich im günstigsten Falle in geringer Menge als Nebenprodukt. Die von Salvay aufgestellte Gleichung 1 (Phase 1 und 2) kennzeichnet also nicht den wesentlichen Verlauf der Polymerisation.

Nach Gleichung 2 (Phase 3) nimmt Salvay an, daß die hohen Molekulargewichte polymerisierter Öle (Glyzeride) dadurch bedingt werden, daß sich zwei Moleküle eines Diglyzerides unter Verätherung, also durch Sauerstoffbindung, aneinanderreihen. Er hat versucht, diese Annahme durch den Nachweis von Diglyzerin in der Verseifungslauge polymerisierter Öle zu stützen, aber ohne jeden Erfolg. Auch der Nachweis, daß polymerisierte Öle mehr Sauerstoff enthalten als nichtpolymerisierte, konnte von Salvay nicht erbracht werden. Meinerseits wurde geprüft, ob Mono- oder Diglyzeride in polymerisierten Ölen feststellbar sind. Zu diesem Zwecke wurde ein durch Erhitzen stark eingedicktes Leinöl (Buchdruckerfirnis) azetyliert und die Azetylzahl ermittelt. Der gefundene Wert (16) konnte durch niedere Glyzeride, aber auch durch Oxysäuren bedingt sein. Um hierüber eine Entscheidung herbeizuführen, wurden aus dem Öl die Fettsäuren abgeschieden und deren Azetylzahl bestimmt. Sie lag nur wenige Einheiten niedriger als die Azetylzahl des Öles, war also auf Oxysäuren zurückzuführen. Hiernach haben sich nennenswerte Mengen von Mono- oder Diglyzeriden nicht nachweisen lassen, zumal die geringe Differenz der Azetylzahlen auch durch den Verlust wasserlöslicher Fettsäuren beim Auskochen der azetylierten Säuren bedingt sein kann. Die zweite Salvaysche Gleichung trägt also den tatsächlichen Verhältnissen nicht genügend Rechnung. Dagegen ist das hohe Molekulargewicht erhitzter Öle ohne weiteres verständlich bei extramolekularer Polymerisation im Sinne meiner obigen Ausführungen, unter Bildung von Kohlenstoffvierringen.

Neuerdings hat zur Polymerisationsfrage H. Wolff Stellung genommen[1]. Nach seiner Auffassung findet bei der Verdickung fetter Öle unter dem Einfluß der Hitze eine eigentliche Polymerisation überhaupt nicht oder nur in geringem Grade statt.

Zur Begründung seines Standpunktes führt Wolff an, die in der Literatur vorliegenden hohen Molekulargewichte seien in Benzol und ähnlichen sauerstofffreien Lösungsmitteln bestimmt, in denen leicht Aggregatbildung erfolge; seine in Kampfer nach dem Rastschen Verfahren vorgenommenen Bestimmungen hätten niedrige, gegen Polymerisation sprechende Werte ergeben. Wolff hat offenbar übersehen, daß die von mir ermittelten Molekulargewichte, behufs Vermeidung der angeführten lange bekannten Fehlerquelle, in Phenol und Benzoesäureanhydrid, bei den Fettsäuren in Eisessig bestimmt wurden. Wolff geht also von irrigen Voraussetzungen aus. Die gemäß obigem aus Holzöl- und Leinölgel abgeschiedenen Säuren wurden sowohl in Kampfer wie in Eisessig geprüft. In beiden Fällen wurde verdoppeltes Molekulargewicht gefunden. Hiernach ist Polymerisation beim Erhitzen von Lein- und Holzöl sicher bewiesen.

Wie beim Erhitzen trocknender Öle findet auch beim Eintrocknen Polymerisation statt. Während aber in ersterem Falle die Reaktion extramolekular verläuft, schließen sich beim Eintrocknen ungesättigte Fettsäureradikale ein und desselben Moleküls zusammen. Daneben erfolgt Aufnahme von Sauerstoff unter Bildung von Oxysäuren und flüchtigen Zersetzungsprodukten. Der Film enthält unverändertes Öl, freie Fett- und Oxysäuren, neutrale Polymerisations- und Oxydationsprodukte, die teils in Sol-, teils in Gelform vorliegen. Dem allmählichen Übergang der Sol- in die Gelform ist erhöhte Bedeutung beizumessen. Der Eintrocknungsprozeß ist daher nicht nur vom analytischen, sondern auch vom kolloidchemischen Standpunkt aus zu beurteilen.

Gegen die Annahme einer Polymerisation beim Eintrocknungsprozeß hat sich A. Eibner ausgesprochen, und zwar hauptsächlich auf Grund von Versuchen mit Holzölfilmen. Die $^1/_2$ Jahr alten Filme wurden nach Verreiben mit Quarzsand erschöpfend mit Chloroform und Äther extrahiert. In Lösung ging ein dickes gelbes Öl, das im Aufstrich nach 4 Wochen noch nicht trocken war. Der ungelöste kleinere Teil war goldgelb und lieferte nach dem Verseifen Fettsäuren von der Neutralisationszahl 257,9. Aus dieser wurde unter der Annahme des Vorliegens einbasischer Säuren das mittlere Molekulargewicht 217,6 berechnet. In Eisessig wurde nach der Siedemethode das Molekulargewicht 190,6 bis 201,6 gefunden. Diese niedrigen Werte, welche noch unter dem Molekulargewicht der Eläostearinsäure (266,3) liegen, weisen nach Eibner auf Molekularzersplitterungen, nicht auf Polymerisation hin.

Zu einem abweichenden Ergebnis führten hier mit Holzöl vorgenommene Versuche. Den Ausgangspunkt bildete die Beobachtung, daß sich am Boden eines Blechkanisters, in dem ein kleiner Rest von Holzöl monatelang, bei ungenügendem Verschluß, lagerte, eine gelatinöse Masse abgesetzt hatte. Diese Masse wurde in feiner Verteilung mit Azeton extrahiert. In Lösung ging Öl, ungelöst blieb ein festes Gel. Die aus letzterem abgeschiedenen Fettsäuren waren weichharzartig und zeigten folgende Molekulargewichte:

Verfahren nach Rast: 11 mg Säuren, 99 mg, Depression 8°, Molekulargewicht 555.

Kryoskopisches Verfahren in Eisessig: 4,813 g Säuren, 50 g Eisessig, Depression 0,815°, Molekulargewicht 460.

Hiernach liegen bimolekulare Säuren vor. Auf Grund dieses Befundes wurden nunmehr unmittelbar Eintrocknungsversuche mit Holzöl in dünner Schicht vorgenommen. Nach 16 Tage gelangte der Film zur Untersuchung.

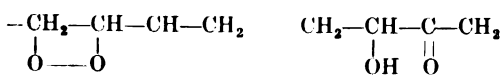
[1] Z. angew. Chem. Bd. 37, S. 729. 1924.

Digitized by Google

Er wurde zunächst im Extraktionsapparat erschöpfend mit Azeton ausgezogen; dabei wurden 60% feste Masse, außerdem, nach Abdestillieren des Azetons, dickflüssiges, zum Teil gelatinierendes Öl erhalten. Das Öl trocknete auf Glasplatten gestrichen schon innerhalb 7 St. völlig ein. Die feste Masse wurde verseift, die erhaltenen weichharzigen Fettsäuren hatten die Säurezahl 203,2; das Molekulargewicht wurde nach Rast zu 564 gefunden.

Angewandt 62 mg Säuren, 110 mg Kampfer, Depression 4°. Aus der gefundenen Säurezahl 203,2 berechnet sich für eine Dikarbonsäure das Molekulargewicht 560,2. Daß Eibners Versuche anders ausgefallen sind, dürfte auf das zu hohe Alte seines Films ($^1/_2$ Jahr) zurückzuführen sein. Durch Untersuchungen von F. Fritz[1] ist bekannt, daß Linoxyn mit der Zeit einer Selbstzersetzung unterliegt unter Bildung niedrigmolekularer Fettsäuren, die auch in dem Eibnerschen Film enthalten waren. Ebenso wie diese Fettsäuren wird man das von Eibner als Hauptprodukt seines Films erhaltene, in 4 Wochen nicht eintrocknende Öl als (sekundäres) Zersetzungsprodukt bezeichnen müssen.

Bisher wurde von namhaften Forschern angenommen, daß beim Eintrocknen fetter Öle die Oxydation schneller erfolge als die Polymerisation. Es hat sich jetzt aber herausgestellt, daß auch die Autoxydationsprodukte, die sog. „oxydierten Fettsäuren", polymerisiert sind. Diese Säuren sind gelb bis braun gefärbte Massen von weichharziger bis fester Konsistenz; sie sind schwer löslich in Petroläther und auf Grund dieses Verhaltens von den normalen Säuren leicht trennbar. Die höheren festen Oxydationsstufen sind auch in Äther unlöslich. Nach Fahrion[2] enthalten die oxydierten Säuren, welche sich nicht nur beim Eintrocknen, sondern auch beim Ranzigwerden und Blasen fetter Öle bei der Linoleumfabrikation usw. bilden, je nach Art des Ausgangsmaterials 60 bis 73% Kohlenstoff, 7,3 bis 10,7% Wasserstoff und 16 bis 32% Sauerstoff. Den höchsten Sauerstoff- und niedrigsten Kohlenstoffgehalt weisen die aus Tranen (Klupanodonsäure) erhaltenen Produkte auf. Dann erst kommen die aus trocknenden Ölen (Linoleunsäure) gebildeten Oxysäuren. Nicht trocknende Öle, wie Olivenöl und Knochenöl, neigen wenig zur Bildung oxydierter Säuren. Fahrion nahm an, daß bei der Autoxydation der Fette gemäß der Engler-Weißbergschen Theorie, zunächst ein Molekül Sauerstoff an eine Doppelbindung einer ungesättigten Fettsäure angelagert wird unter Bildung eines Moloxydes. Dieses soll sich dann zu einer Ketoxysäure umlagern:

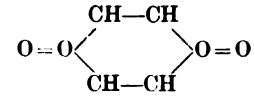


Fahrions Annahme erscheint jedoch nicht genügend begründet. Eine Ketoxysäure müßte bei Reduktion mit Natrium in alkoholischer Lösung eine Dioxysäure liefern, mithin müßte nach der Reduktion eine weit höhere Azetylzahl gefunden werden als zuvor. Das ist tatsächlich nicht der Fall. Aus geblasenem Kottonöl hier abgeschiedene oxydierte Säuren hatten unmittelbar die Azetylzahl 291,4 nach der Reduktion 294,2. Somit liegen Ketoxysäuren nicht vor. Dagegen spricht auch die Molekulargewichtsbestimmung. Angewandt wurden Säuren aus geblasenem Baumwollsaatöl; sie wurden in Kampfer, nach Rast, sowie in Palmitinsäure (nach Beckmann) geprüft und ergaben ein Molekulargewicht von etwa 700.

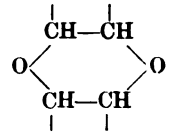
Verfahren nach Rast: 6,6 mg Säuren, 94 mg Kampfer, Depression 4°. Molekulargewicht 702.

Verfahren nach Beckmann: 1,516 g Säuren, 30 g Palmitinsäure. Depression 0,3°, Molekulargewicht 716.

Nach den jetzigen Erfahrungen kommt für die Bildung der oxydierten Fettsäuren nachstehende Reaktionsfolge in Betracht: Zunächst schließen sich zwei Moleküle einer ungesättigten Fettsäure zusammen unter Einlagerung von zwei Molekülen Sauerstoff unter Bildung von Dimoloxyden einer bimolekularen Säure:



Demzufolge geben die oxydierten Fette deutliche Superoxydreaktionen (Ausscheidung von Jod aus angesäuerter Jodkalilösung, Gelbfärbung von Titanschwefelsäure). Sekundär wird dann die Hälfte des Sauerstoffs abgespalten; er bedingt Oxydation benachbarter an Kohlenstoff gebundener Wasserstoffatome zu Hydroxyl und zum Teil Spaltung der Kohlenstoffkette unter Bildung von niedrigmolekularen Fettsäuren sowie Aldehyden, die regelmäßig in oxydierten Fetten gefunden werden. Nach mehr oder minder vollkommener Abspaltung des superoxydartig gebundenen Sauerstoffs hinterbleiben die einfachen Oxyde



deren Gerüst, ein 1,4-Dioxanring, für die oxydierten Fettsäuren charakteristisch ist. Diese enthalten somit Sauerstoff in 3facher Bindung, als Karboxyl, als Hydroxyl und in Ringform. Durch Austritt von Wasser aus der Karboxyl- und Hydroxylgruppe entstehen leicht Laktone, die normale Bestandteile der oxydierten Säuren sind.

Gegen die Beweisführung, daß bei der Autoxydation der Fette Polymerisation eintritt, könnte eingewandt werden, die Reaktion erfolge primär durch Verbindung von einem Molekül Fettsäure mit einem Molekül Sauerstoff, d. h. im Sinne Fahrions, erst bei der Verseifung trete durch Wasserabspaltung usw. Polymerisation ein. Demgegenüber ist darauf hinzuweisen, daß nicht nur bei der Autoxydation der Glyzeride, sondern auch der freien Fettsäuren die „oxydierten" Säuren mit ihren charakteristischen Eigenschaften entstehen und durch Petroläther, ohne vorherige Verseifung, unmittelbar abgeschieden werden können. In diesem Zusammenhange sind auch die wertvollen Untersuchungen von Bauer und Kutscher[1] zu erwähnen, die beim Behandeln von Linolensäure mit Wasserstoffsuperoxyd oder Benzopersäure zu bimolekularen Oxysäuren gelangten. Vom

[1] Chem. Umschau Bd. 27, S. 173. 1920.
[2] Chem. Umschau Bd. 27, S. 202. 1920.

[1] Chem. Umschau Bd. 32, S. 57. 1925.

Digitized by Google

Ozon ist schon seit längerer Zeit, durch die Arbeiten von Harries[1] und seinen Schülern, bekannt, daß es mit Butylen und ähnlichen Kohlenwasserstoffen dimere Ozonide (neben monomeren) bildet. Da die trocknenden Öle im Glyzeridmolekül mehrere ungesättigte Fettsäureradikale enthalten, sind hier bei der Autoxydation die Bedingungen für Verknüpfung zweier Radikale ganz besonders gegeben.

Tabelle 4. Molekulargewichte der Fettsäuren aus Holzöl- und Leinölgel.

Fettsäuren aus	Verfahren mit	Angewandte Substanz	Angewandtes Lösungsmittel	Depression Grad	Molekulargewicht	Konzentration %
Holzölgel	Kampfer	8,6 mg	123 mg	5,0	560	6,5
	Eisessig	3,0 g	45,3 g	0,59	438	6,2
Leinölgel	Kampfer	9,5 mg	49 mg	13,5	574	16,2
	Eisessig	3,0 g	45,3 g	0,561	460	6,2

Hinsichtlich des äußeren Verlaufs der Eintrocknung unterscheiden sich Leinöl und Holzöl erheblich. Während ersteres einen glatten Film ergibt, entstehen aus dem Holzöl zunächst eisblumenartige Gebilde, die allmählich in Runzeln übergehen. Um das runzlige Auftrocknen zu vermeiden, erhitzt man in der Lacktechnik in der Regel das Holzöl zunächst auf höhere Temperaturen. Das so erhaltene „Standöl" trocknet glatt auf. Die geschilderte „Holzölerscheinung" erklärt sich folgendermaßen: Unter dem Einfluß des Lichtes entsteht aus dem im Holzöl zu 90% enthaltenen α-Eläostearin das isomere hochschmelzende β-Eläostearin; dieses kristallisiert aus, die Kristalle gehen jedoch unter der Wirkung des Luftsauerstoffes in polymere Gebilde über, die runzlige Beschaffenheit des Films bedingen.

Gegen diese Erklärung haben sich Eibner und seine Mitarbeiter sowie etwas später H. Wolff gewandt.

Eibner hat aus einem 14 Tage alten Holzölfilm nach dem Verseifen noch einige Kristalle von α-Eläostearinsäure mit dem Schmelzpunkt 46 bis 47°, dagegen keine β-Eläostearinsäure vom Schmelzpunkt 71° abscheiden können. Er folgert: „Wenn in den 14 Tagen, in welchen dieser Tungölfilm Zeit hatte, β-Eläostearinsäureglyzerid zu bilden, dieses entstanden wäre, so wäre es zufolge seiner nachgewiesenen trägeren Sauerstoffaufnahme neben dem Glyzerid größtenteils unoxydiert geblieben und man hätte nicht einen Schmelzpunkt der Rohsäure von 47°, sondern einen höheren gefunden. Wenn aber noch so viel α-Säure vorhanden war, daß sie durch den Schmelzpunkt der Rohsäure nachweisbar war, so erscheint es als ausgeschlossen, daß beim Trocknen dieses Holzöles Lichtisomerisation eine Rolle spielte."

Weiterhin hat Eibner mikroskopisch nachgewiesen, daß die beim Eintrocknen von Holzöl anschießenden eisblumenartigen Gebilde nicht etwa Kristalle von β-Eläostearin, sondern durch Faltenbildung bedingte Runzeln sind.

Zu den Ausführungen Eibners ist folgendes zu bemerken: Eibner überschätzt die Haltbarkeit des β-Eläostearins. Wenn es auch mit Sauerstoff träger als das α-Glyzerid reagiert, so polymerisiert es sich doch außerordentlich leicht, schon bei kurzem Liegen an der Luft; man kann daher seine Gegenwart in einem 14 Tage alten Tungölfilm gar nicht mehr erwarten. Daß im Anfang des Trockenprozesses β-Eläostearin auftritt, zeigen folgende Versuche:

1. Rohes Holzöl wurde mit einem Pinsel auf Glasplatten gestrichen, dann der Einwirkung von Luft und zerstreutem Tageslicht ausgesetzt. Im Anfang des Eintrocknungsprozesses erschienen nahe der Mitte jeder Glasplatte trübe Stellen; diese enthielten nach mikroskpoischer Beobachtung (unter 220facher Vergrößerung) zahlreiche Kristallnädelchen. An den Rändern der Platten, an denen die Ölschicht am dünnsten, der Luftzutritt am stärksten war, zeigten sich feste weiße Teilchen, die sich unter dem Mikroskop als Runzeln erwiesen. Im weiteren Verlauf der Eintrocknung nahm zunächst die Menge der Kriställchen in der Mitte zu, während sich andererseits die Randgebilde eisblumenartig nach der Mitte hinschoben. Allmählich verschwanden dann die Kristalle, schließlich waren die ganzen Platten mit Runzeln bedeckt.

Ähnliche Beobachtungen wurden auch in einem Holzöltropfen gemacht. Ein solcher Tropfen wurde, gemäß Anregung von E. Kindscher, auf einen Objektträger gebracht und ohne Deckglas längere Zeit unter dem Mikroskop belassen. Die erste sichtbare Veränderung bestand im Auftreten von Nädelchen nahe der Mitte des Tropfens. Diese Nädelchen erwiesen sich bei Betrachtung im polarisierten Licht unzweifelhaft als Kristalle, sie leuchteten im dunklen Gesichtsfelde. Allmählich nahm die Menge der Kristallnädelchen im Tropfen bedeutend zu. Die dritte Veränderung bestand im Auftreten von Runzeln an den Rändern des Tropfens. Schließlich verschwanden die Kristalle, der ganze Tropfen war von Runzeln überzogen. Die Kristallbildung wurde nicht immer, sondern insbesondere bei einem älteren Holzöl beobachtet, das vielleicht schon etwas β-Eläostearin vorgebildet enthielt und demzufolge leichter als frische Öle zur Kristallbildung neigte. Immerhin war das Öl vor dem Aufstrich völlig klarflüssig. Impfte man einen Tropfen frischen Holzöles mit einer Spur β-Eläostearin, so traten beim Eintrocknen dieselben Kristallisationserscheinungen auf wie bei älterem Öl.

2. Von einigen mit frischem Holzöl bestrichenen Glasplatten wurden nach einigem Stehen die Überzüge abgetrennt und mit siedendem Azeton behandelt. Unlöslich blieb eine geringe Menge eines Polymerisations- bzw. Oxydationsproduktes, die Azetonlösung lieferte nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels ein Öl, das beim Abkühlen schmalzartig erstarrte. Durch Behandeln mit stark gekühltem Azeton (bis 20°) waren merkliche Mengen des in Nädelchen kristallisierenden β-Eläostearins abscheidbar.

3. Mit Holzöl bestrichene Glasplatten wurden bei Winterkälte (— 7°) im Freien belassen. An den Rändern traten nach einiger Zeit eisblumenartige Gebilde auf, an den inneren Teilen schied sich dagegen eine talgartig feste weiße Masse aus, die zum erheblichen Teil aus β-Eläostearin bestand. Durch die Kälte wird das β-Eläostearin in fester Form ausgeschieden und langsamer als unter normalen Bedingungen umgewandelt.

[1] Chem. Umschau Bd. 32, S. 57. 1925.

Digitized by Google

4. Am Boden einer geräumigen Porzellanschale wurden 40 g Holzöl ausgebreitet und an der Luft stehen gelassen, bis die Masse schmalzartig geworden war. Die an der Oberfläche befindliche Haut bestand nach mikroskopischer Untersuchung aus runzligen Gebilden (Kolloiden), die untere Schicht wies dagegen reichlich Kristallnädelchen auf. Die Isolierung des β-Eläostearins erfolgte, wie unter Versuch 2. beschrieben. Es ergab sich, daß die Menge des β-Eläostearins etwa 3mal so groß war wie die Menge des azetonunlöslichen Oxydaproduktes.

Schließlich ist noch bemerkenswert, daß Holzöl, im Gegensatz zum Leinöl, bei Zimmerwärme im Dunkeln überhaupt nicht trocknet. Je eine mit Holzöl und Leinöl bestrichene Glasplatte wurden unter gleichen Bedingungen dunkel aufbewahrt. Nach 14 Tagen war die Leinölplatte klebfrei trocken, das Holzöl war noch ganz ölig, nur an einigen Stellen, an die vielleicht ein Lichtschimmer gedrungen war, konnte schwache Runzelbildung beobachtet werden. Nach 4 Wochen war das Eintrocknen nicht weiter gegangen. Andererseits konnte festgestellt werden, daß Holzöl im Freien, auch bei Fehlen von Sonnenschein, schneller trocknet als im Zimmer. Das Fensterglas absorbiert bekanntlich den größten Teil der isomerisierend wirkenden ultravioletten Lichtstrahlen.

Nach alledem dürfte kein Zweifel mehr bestehen, daß beim Eintrocknen des Holzöls zunächst Lichtisomerisation und dann erst Polymerisation bzw. Oxydation erfolgt.

Nachweis von Holzöl in Ölgemischen[1].

Von **J. Marcusson.**

Zum Nachweis von Holzöl in Ölgemischen wird meistens das Parker-Mc-Ilhineysche Verfahren angewandt, bei dem die zu untersuchende Probe mit einer Lösung von Jod in Eisessig erhitzt wird. Diese Methode versagt aber, wenn eingedicktes Leinöl (Standöl) neben Holzöl zugegen ist. Standöl bildet wie Holzöl mit erhitzter Jod-Eisessiglösung einen Niederschlag, wenn auch die Niederschlagsmenge geringer ist als beim Holzöl. Nun werden aber gerade Standöle zur Herstellung von Lacken und Lackfarben vielfach verwendet.

Neben dem Mc-Ilhineyschen Verfahren wird hier und da das Verfahren von Ware und Schumann herangezogen, das auf der Schwerlöslichkeit des eläostearinsauren Kalis in eiskaltem Alkohol beruht. Dies Verfahren ist jedoch nicht anwendbar, wenn erhitztes Holzöl vorliegt, weil beim Erhitzen eine Umwandlung der Eläostearinsäure in eine polymere Säure erfolgt, deren Kalisalz nicht in gleichem Maße durch Schwerlöslichkeit ausgezeichnet ist. Tatsächlich wird aber erhitztes Holzöl in der Industrie weit mehr als rohes Öl gebraucht.

Es ist auch vorgeschlagen worden, eine Unterscheidung von Holzöl und Leinöl auf Bestimmung des Brechungsexponenten zu gründen, der bei Leinöl 1,484 bis 1,487, bei chinesischem Holzöl dagegen 1,518 bis 1,525 (bei 20° C) beträgt. Dabei ist aber zu berücksichtigen, daß der Exponent des Leinöls bei der Umwandlung in Standöl steigt, derjenige des Holzöls beim Erhitzen sinkt. Beispielsweise erhöht sich der Exponent von Leinöl beim Erhitzen bis 300° auf 1,496, ein hier untersuchtes handelsüblich erhitztes Holzöl gab den Wert 1,508. Bei dieser geringen Differenz ist das Brechungsexponentenverfahren aussichtslos; man wird in vielen Fällen nicht sicher entscheiden können, ob lediglich normale oder auch eingedickte Produkte in einem Lack enthalten sind.

Für frische wie erhitzte Öle ist in gleicher Weise das nachfolgend beschriebene Jodchloroformverfahren geeignet, das auf Polymerisation des Holzöles beruht und folgendermaßen ausgeführt wird:

5 g Öl werden in einem Porzellantiegel oder einem kleinen Erlenmeyerkolben unter Umrühren mit 5 ccm einer kalt gesättigten Jod-Chloroformlösung übergossen (herzustellen durch kurzes Erwärmen von Jod mit Chloroform im Reagensglas und Abkühlen auf Zimmertemperatur). Reines Holzöl erstarrt nach einigen Minuten zu einer festen Masse, alle anderen fetten Öle, auch Standöl, bleiben ölig. Mischungen werden um so schneller fest, je höher der Gehalt an Holzöl ist. Bleibt eine Probe auch nach Stehen über Nacht ölig, was bei geringem Holzölgehalt vorkommt, so erwärmt man eine Viertelstunde auf dem Wasserbade. Nach dem Erkalten tritt dann Gelatinieren ein. In der beschriebenen Weise konnten noch 15% Holzöl in Gemischen sicher nachgewiesen werden.

Zur annähernd quantitativen Bestimmung von Holzöl in Gemischen verreibt man das erstarrte Reaktionsprodukt mit Sand und extrahiert im Graefeschen Extraktionsapparat mit Chloroform. Den Auszug schüttelt man mit etwas Thiosulfatlösung behufs Entfernung von freiem Jod, destilliert das Chloroform ab, trocknet und wägt.

Die Ergebnisse der vorgenommenen Untersuchungen sind in den Tabellen 1 bis 3 zusammengestellt. Zu diesen ist folgendes zu bemerken:

Gemäß Tabelle 1 wurden Mischungen von eingedicktem Leinöl (Standöl) mit wechselnden Mengen rohem Holzöl (15 bis 90%) geprüft. Die erhaltenen Werte lagen teils etwas über, teils unter den theoretischen. Die Abweichung betrug im Höchstfalle 10%. Das verwendete Holzöl als solches enthielt 12% durch Jod nichtpolymerisierbarer Anteile. Infolgedessen sind etwas zu hohe Analysenergebnisse bei starkem Überwiegen von Holzöl erklärlich. Bei niedrigem Holzölgehalt ist es schwierig, aus dem gebildeten Gel die letzten Reste des dickflüssigen Standöls herauszulösen. Hiernach sind auch die Abweichungen nach unten verständlich.

[1] Original: Z. angew. Chem. 1926, S. 478.

Digitized by Google

Tabelle 1. Mischungen von rohem Holzöl mit eingedicktem Leinöl (Standöl).

Gehalt der Probe an Standöl %	Befund an Standöl %		Differenz %
10	16		+ 6
30	34		+ 4
50	49 41	40	—10
70	65 56	60	—10
85	80		— 5

Tabelle 2 bietet eine Übersicht über das Verhalten von Mischungen aus unbehandeltem Leinöl, Rüböl und Mohnöl mit erhitztem Holzöl, wie es zur Lackfabrikation Verwendung findet. Das erhitzte Holzöl war aus dem Handel bezogen, es enthielt 18% durch Jod nichtpolymerisierbare Anteile, d. h. 6% mehr als frisches Holzöl, was auf Umlagerungen während des Erhitzens schließen läßt.

Tabelle 2. Mischungen von erhitztem Holzöl mit unbehandelten Ölen.

Fremdöl Art	%	Erhalten %	Differenz %
Mohnöl	85	91	+ 6
Leinöl	80	82	+ 2
„	70	80	+10
Rüböl	70	66	— 4
Leinöl	50	58	+ 8
„	20	36	+16

Die Analysenergebnisse sind, wie in Tabelle 1, im großen und ganzen befriedigend, das gleiche gilt für Tabelle 3, nach welcher Mischungen von rohem Holzöl mit gewöhnlichem Leinöl, Mohnöl, Rüböl und Tran behandelt sind.

Der Jodverbrauch ist bei dem Verfahren gering, da in den verwendeten 5 ccm Chloroform nur 0,3 g Jod gelöst sind.

Tabelle 3. Mischung von rohem Holzöl mit unbehandelten Ölen.

Fremdöl Art	%	Erhalten %	Differenz %
Mohnöl	85	93	+ 8
Rüböl	70	66	— 4
Leinöl	50	56	+ 6
Rüböl	30	36	+ 6
Mohnöl	20	30	+10
Tran	10	24	+14

Bei der Untersuchung von Lacken ist zu berücksichtigen, daß neben fettem Öl, Harz und Sikkativen flüchtiges Lösungsmittel zugegen ist. Man kann daher die Holzölbestimmung nicht durch Ausziehen des unangegriffenen Öles vornehmen, muß vielmehr das geronnene Holzöl, nach dem Extrahieren mit Chloroform, als solches zur Wägung bringen. Um dies zu ermöglichen, verwendet man behufs feiner Verteilung des Gels eine gewogene Menge Sand oder man verreibt mit getrocknetem Natriumsulfat, das nachher durch Wasser ausgezogen wird. Bei hohem Holzölgehalt wird die Masse so fest, daß sie leicht zerkleinert werden kann und daß Sandbehandlung sich erübrigt. Das Abwägen der Lacke für die Holzöluntersuchung erfolgt zweckmäßig nicht in Tiegeln, sondern in kleinen Kölbchen, die nötigenfalls (wenn die Masse nach dem Stehen über Nacht nicht fest geworden ist) am Rückflußkühler erwärmt werden. Unterläßt man diese Vorsicht, so kann durch Verflüchtigung des Lösungsmittels und Ausscheidung von Sikkativen Gelatinieren eintreten, ohne daß Holzöl zugegen ist.

Nach freundlicher Mitteilung von Herrn Dr. H. Wolf versagt die Jod-Chloroformprobe bei Gegenwart von größeren Mengen Bleisikkativ und Terpentinöl. Beide nehmen stark Jod auf. Das Bleisikkativ kann durch verdünnte Salpetersäure entbleit, das Terpentinöl mit Dampf abgetrieben werden.

Vereinheitlichung der Ölprüfungsverfahren[1].

Von **H. Schlüter.**

Obwohl die Ölprüfungsverfahren allgemein bekannt und vielfach beschrieben worden sind (vgl. z. B. „Richtlinien für den Einkauf und die Prüfung von Schmiermitteln", Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette), so ist es doch eine oft festgestellte Tatsache, daß nach demselben Verfahren aber nicht an derselben Prüfungsstelle gewonnene Ergebnisse unzulässige Abweichungen voneinander zeigen. Die Ursachen waren zunächst nicht zu erkennen. Um sie bei den einzelnen Verfahren festzustellen, wurden diese einer kritischen Prüfung unterzogen, und zwar geschah dies zunächst bei der Bestimmung des Flammpunktes (im offenen Tiegel) und der Zähigkeit mittels des Englerschen Viskosimeters[2], weil diese physikalischen Kennzahlen für die Bewertung der Mineralschmieröle besonders wichtig sind. Hierbei hat sich ergeben, daß die Ursachen verschiedener Art sind. Einmal liegen sie in der Unvollkommenheit des Prüfungsgeräts, ein andermal darin, daß die Verfahren nicht so eingehend beschrieben sind, daß jedes Mißverständnis ausgeschlossen ist. Bei dem Englerschen Viskosimeter lag eine Fehlerquelle so verdeckt, daß sie erst jetzt, Jahrzehnte nach Einführung des Apparates entdeckt wurde.

1. Flammpunktbestimmung (im offenen Tiegel) mit einem neuen Flammpunktprüfer.

Der gegenwärtig allgemein gebrauchte Flammpunktprüfer mit offenem Tiegel stellt eine Verbesserung des früheren Brenkenschen[1] Prüfungsverfahrens dar. Brenken verwendete einen Porzellantiegel von 6,4 cm lichter Weite und 4,7 cm Tiefe, der, bis 1,2 cm unterhalb des Randes gefüllt, zum Erhitzen auf ein Sandbad gestellt wurde. Zur Prüfung wurde der Tiegel vom Sandbade

[1] Original: Chem.-Zg. 1927.

[2] Chem.-Zg. 1927, Nr. 59, S. 565.

[1] Z. analyt. Chem. 1879, S. 548.

Digitized by Google

weggenommen, und eine kleine, aus einem Glas-, Porzellan- oder Tonrohre brennende Gasflamme über die Öloberfläche hinweggeführt. Diese sollte so viele Sekunden über dem Öl verweilen, als der Tiegel Zentimeter breit war.

Treumann[1] führte einen Porzellantiegel von 41 mm Höhe und 40 mm Durchmesser ein, der möglichst tief in das Sandbad eingehüllt und bis zu 4 mm unterhalb des Randes gefüllt wurde.

Die durch Marcusson vorgenommene Verbesserung besteht in der mechanischen Führung des Zündrohrs, das bis dahin von Hand bewegt wurde. Es ist ersichtlich, daß durch die Brenkensche Einrichtung besonders bei ihrer Handhabung durch verschiedene Personen keine genügende Übereinstimmung der Versuchsergebnisse erreicht werden konnte. Aber auch die mechanische Führung der Zündflamme brachte noch keine vollendete Lösung der Aufgabe, alle Ursachen der ungenügenden Übereinstimmung zu beseitigen, da die Zündflamme immer noch über den Tiegelrand hinweggeführt wurde.

Der Apparat der Deutschen Reichsbahn vermeidet diesen Übelstand dadurch, daß die Zündflamme senkrecht oder neuerdings schräg nach unten brennt und nur über dem mittleren Teil der Öloberfläche hin und her bewegt wird. Aber auch dies hat noch einen Nachteil, da durch Schwankungen des Gasdruckes die Zündflamme verlängert werden kann, so daß sie die Öloberfläche oder gar das Thermometer berührt; eine etwa eingetretene Verlängerung der Zündflamme läßt sich aber kaum beobachten.

Zahlreiche später gemachte Verbesserungsvorschläge bezogen sich daher auf die Abänderung der Flammenführung, um die immer noch auftretenden Unstimmigkeiten bei den Versuchsergebnissen zu beseitigen. Ein Umstand wurde aber hierbei nie beobachtet, der viel größere Verschiedenheiten der Ergebnisse bedingt, nämlich die Stellung des Thermometers. Brenken erwähnt in seiner Arbeit das Thermometer überhaupt nicht. Auch in der ursprünglichen Veröffentlichung Marcussons über die mechanische Führung der Zündflamme (Mitteilungen aus dem Materialprüfungsamt 1906, S. 218) ist die Stellung des Thermometers, besonders seine Einbautiefe, nicht erwähnt worden; vielleicht sollte die beigegebene Abbildung hierüber Aufschluß geben. Diese ist aber in die späteren Veröffentlichungen nicht übernommen worden und so fehlte hier, da Zahlenangaben nicht vorlagen, eine wichtige Angabe. Das Laborationsbuch von Graefe schreibt z. B. nur vor, daß das Quecksilbergefäß vom Öl bedeckt sein soll. Nach den „Richtlinien für den Einkauf und die Prüfung von Schmiermitteln" ist das Thermometer so einzubauen, daß die Quecksilberkugel allseitig vom Öl bedeckt ist und von der Zündflamme nicht berührt werden kann. Es ist erklärlich, daß diese Fassung der Versuchsvorschrift, die offenbar auf der Meinung beruht, daß die Temperatur im Öl überall gleich sei, dem persönlichen Ermessen des Untersuchenden freien Spielraum läßt; es wurden denn auch, wie aus Berichten an das Materialprüfungsamt zu entnehmen ist, an verschiedenen Prüfstellen bei gleichen Ölen ganz unterschiedliche Flammpunktshöhen festgestellt.

Der Verfasser hat schon vor mehreren Jahren darauf hingewiesen, daß diese Unterschiede auf der ungleichen Stellung des Thermometers beruhen, und hat auf Anfragen in zahlreichen Fällen Mitteilungen über die Einbautiefe des Thermometers bei der Flammpunktbestimmung im Materialprüfungsamt gemacht. Die Arbeitsweise des Amtes ist durch die Beantwortung zahlreicher Anfragen in weiten Kreisen bekannt geworden, namentlich in der Ölindustrie, die ja ein besonderes Interesse hat, mit dem Materialprüfungsamt hinsichtlich der Versuchsergebnisse im Einklang zu bleiben. Da, wo diese Arbeitsweise nicht bekannt ist, kann natürlich die Thermometerstellung so verschieden sein, daß erhebliche Unstimmigkeiten bei den Ergebnissen der Flammpunktbestimmung unausbleiblich sind. Über die Größe der hierbei auftretenden Unterschiede geben folgende vom Verfasser durchgeführten Versuche über die an 9 verschiedenen Stellen im Tiegel gleichzeitig herrschenden Öltemperaturen Aufschluß. Die Temperaturen wurden mittels eines Thermometers mit kugelförmigem Quecksilbergefäß in drei senkrechten Linien an je drei verschieden hochliegenden Punkten gemessen (vgl. Abb. 1). Bei einem Durchmesser der Quecksilberkugel von 8,4 mm und 2 mm Abstand der Kugel von Wand und Boden des Tiegels lagen die Meßpunkte (Mittelpunkt der Thermometerkugel) etwa $6^1/_4$ mm über dem Tiegelboden bzw. unter der Öloberfläche und in der Mitte zwischen Boden und Oberfläche. Die drei Senkrechten lagen in der Tiegelachse, $6^1/_4$ mm von der Tiegelwand entfernt und in der Mitte zwischen diesen beiden Linien (s. Abb. 1).

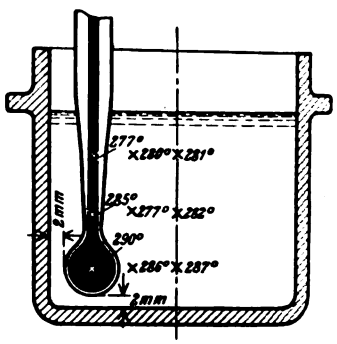


Abb. 1.

In graphischer Darstellung sieht die Wärmeverteilung im Öltiegel etwa folgendermaßen aus (vgl. Abb. 2).

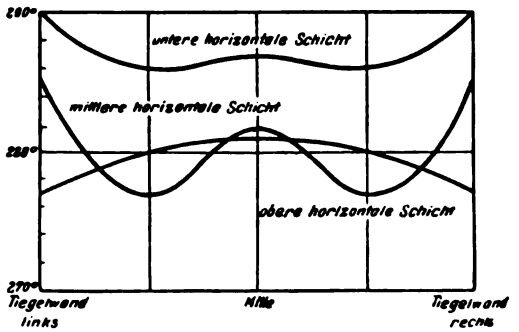


Abb. 2.

Die folgende Zahlentafel gibt über die im Öl gemessenen Temperaturen während des Versuches Auskunft. Sie wurden in Temperaturspannen von 10° abgelesen. Für die Feststellung dieser Spanne diente der Meßpunkt „über dem Tiegelboden", „nahe der Tiegelwand". (Die Temperatur dieses Punktes ist in der Zahlentafel fett-

[1] Mitt. Materialpr.-Amt 1889, S. 69.

Digitized by Google

gedruckt.) Es ist nur ein Teil der Ergebnisse wiedergegeben.

Lfd. Nr. der Messung	Höhenlage der Meßpunkte	Temperaturen an drei senkrecht untereinander liegenden Punkten			Mittel	Größter Unterschied
		Nahe der Tiegelwand	Zwischen Mittelachse und Wand	In der Mittelachse		
1	Unterhalb der Oberfläche	187	186	187		
	In mittlerer Höhe . . .	195	189	192	191	14
	Über dem Tiegelboden .	**200**	195	198		
4	Unterhalb der Oberfläche	216	217	218		
	In mittlerer Höhe . . .	222	221	224	222	14
	Über dem Tiegelboden .	**230**	225	227		
7	Unterhalb der Oberfläche	247	248	249		
	In mittlerer Höhe . . .	255	248	253	252	13
	Über dem Tiegelboden .	**260**	255	257		
10	Unterhalb der Oberfläche	277	280	281		
	In mittlerer Höhe . . .	285	277	282	283	13
	Über dem Tiegelboden .	**290**	286	287		

Die Zahlen zeigen, wie verschieden hoch der Flammpunkt je nach Stellung des Thermometers gefunden werden kann. Die Messung Nr. 10 wurde im Augenblick der Entflammung des Öls gemacht. Je nach der Stellung des Thermometers wäre der Flammpunkt also 277, 281, 282, 286, 287 oder 290. Nach der herrschenden Praxis gilt 290 als Flammpunkt, d. h. der höchste der möglichen „Flammpunkte". Der niedrigste liegt also 13° tiefer als jener. Hieraus geht hervor, daß der Flammpunkt auf eine bestimmte Thermometerstellung bezogen werden muß.

Es taucht nun die Frage auf, welche Stellung man dem Thermometer am zweckmäßigsten gibt. Diese ist an sich gleichgültig. Die als „Flammpunkt" bezeichnete Temperatur des erhitzten Öls erlangt ihre Bedeutung dadurch, daß sie mit einer bestimmten, als „untere Explosionsgrenze" bezeichneten Zusammensetzung des Dampf-Luftgemisches, das beim Erhitzen an der Oberfläche entsteht und infolge dieser Zusammensetzung „entflammbar" ist, zeitlich verknüpft wird. Da nun, wie oben gezeigt wurde, an verschiedenen Punkten der Masse des Öls die Temperatur ungleich ist, und, wie aus Versuchen hervorgeht, eine völlig gleichmäßige Temperatur auch durch Rühren nicht zu erreichen ist, so muß aus Gründen der Einheitlichkeit eine Entscheidung darüber getroffen werden, welche der verschiedenen gleichzeitig meßbaren Öltemperaturen als „Flammpunkt" angesprochen werden soll, d. h. welche Stellung der Quecksilberkugel des Thermometers zu geben ist. Diese Festsetzung müßte im Ausschuß 9 (Schmiermittel) des „Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik", der aus Vertretern der Wissenschaft, der Ölerzeuger und Ölverbraucher gebildet wird, getroffen werden.

Der Verfasser hat nun einen Flammpunktprüfer entworfen, der die erwähnten Fehlerquellen des bisherigen Apparates vermeidet. Er weist gegenüber dem Marcussonschen Apparat folgende Neuerungen auf (vgl. die Abbildungen). Die zum Apparat gehörenden Thermometer sind im unteren Drittel mit einem Wulst zum Befestigen einer Metallhülse versehen, die in den Ring des in senkrechter und wagerechter Richtung ausziehbaren und durch zwei Schrauben feststellbaren Halters gesteckt wird. Durch Anziehen einer Schraube legt sich der bandförmige Ring fest um die Hülse des Thermometers. Der senkrecht stehende Teil des Halters ist auf einem flachen Ringe befestigt, der sich um einen schmalen Flansch am oberen Teil des Tiegels legt. Siehe Abb. 5—7. Mit Hilfe einer neuartigen Vorrichtung, einer Lehre (vgl. die Abb. 5 und 6 und die Prüfungsvorschrift am Schluß), die auf den Boden des Tiegels gelegt wird, läßt sich das Thermometer so einstellen, daß seine Quecksilberkugel sowohl vom Tiegelboden wie vom Tiegelrande genau den Abstand hat, welcher der Stärke der Lehre entspricht[1]. In dieser Stellung des Thermometers wird der Thermometerhalter durch Anziehen der beiden Schrauben festgehalten. Nach dem Entfernen der Lehre wird der Tiegel, ohne aus dem Apparat herausgenommen zu werden, bis zur Marke mit Öl gefüllt. Soll der Tiegel herausgenommen werden, so ist zuvor das Thermometer aus dem Halter herauszuziehen. Nach dem Wiedereinsetzen hat es dieselbe Stellung. Für die Füllung des Tiegels ist seine Entfernung aus dem Luftbade aber unnötig, da diese wegen der Abnehmbarkeit des Schutzbleches keine Schwierigkeit bietet.

Durch die Anwendung der Lehre und die sichere Befestigung des Thermometers in einem Metallringe ist die stets gleiche Stellung desselben bei jedem Versuch gewährleistet. Damit ist die Hauptfehlerquelle des alten Apparates, die Nichtreproduzierbarkeit der mit ihm gewonnenen Werte, ausgeschaltet. Eine weitere Fehlerquelle lag darin, daß die Zündflamme in wagerechter Richtung über den Tiegelrand hinweggeführt wurde. Das Öl steht am Rande des Tiegels höher als in der Mitte, es kriecht oft über den Rand hinweg. Wird nun die Flamme über diesen hinweggeführt, so berührt sie das Öl. Es ist ohne weiteres einleuchtend, daß bei dieser Sachlage wechselnde Ergebnisse erhalten werden können. Andrerseits ist es unnötig, die Flamme über die ganze Oberfläche hin- und zurückzuführen, um eine Zündung

[1] Dieser Abstand, der vom Verfasser in Annäherung an die herrschende Praxis, um die Flammpunkte der „Öltypen" nicht zu ändern, auf 2 mm bemessen war, ist vom Ausschuß 9 des DVM. auf 5 mm abgeändert worden (vgl. Richtlinien S. 63). Diese Festsetzung hat zu Einsprüchen der ölerzeugenden Industrie beim Amt geführt, da bei 5 mm Abstand niedrigere Flammpunkte gefunden werden, wodurch gewisse Öltypen eine Wertverminderung erfahren. Zur Zeit sind deshalb im Amt erneut Versuche im Gange, festzustellen, welche Stellung dem Thermometer im Normalapparat zu geben ist, um gleiche Flammpunkte wie im Marcusson-Apparat zu erhalten. Es hat sich hierbei herausgestellt, daß bei der üblichen gefühlsmäßigen Einstellung des Thermometers nach Marcusson (auf den Boden aufsetzen und wieder etwas anheben) die Quecksilberkugel nicht, wie man allgemein glaubt, einen Abstand von 2 mm vom Boden erreicht, sondern diesem bis auf Bruchteile eines Millimeters nahekommt. Gibt man mit besonderen Vorrichtungen, was mit dem Marcusson-Apparat an sich nicht möglich ist, dem Thermometer in diesem die gleiche Stellung wie im Normalapparat, so erhält man mit beiden Apparaten die gleichen Flammpunkte.

Digitized by Google

zu erreichen. Hat das Gemisch aus Luft und Öldampf, das vom Beginn bis Ende des Versuchs alle Stufen der Zusammensetzung vom niedrigsten bis zum höchsten Dampfgehalt durchläuft, die untere Explosionsgrenze erreicht, so verpufft es, sobald es an irgendeinem Punkte mit der Zündflamme berührt wird. Man kann annehmen, daß die Anreicherung des Dampfluftgemisches an brennbarem Dampf oberhalb der Mitte der Öloberfläche am regelmäßigsten stattfindet. Bei dem neuen Apparat

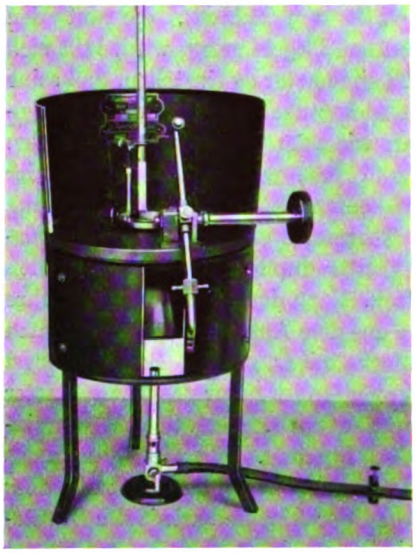


Abb. 3. Apparat mit Gasheizung.

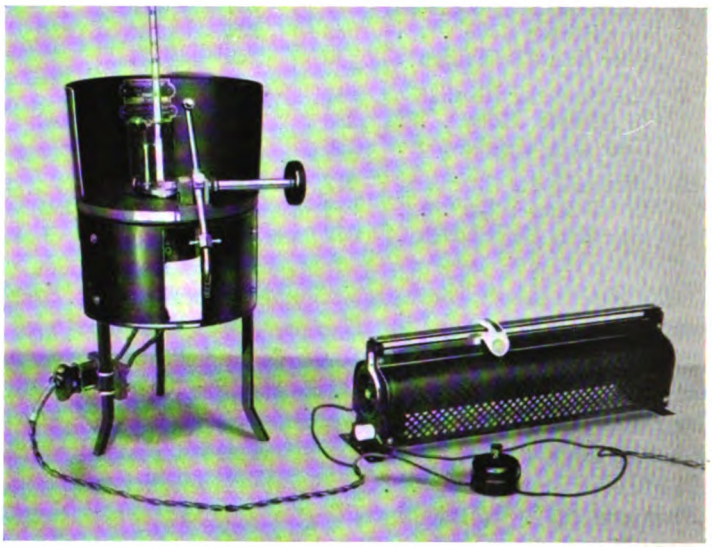


Abb. 4. Apparat mit elektrischen Heizkörper und Widerstand.

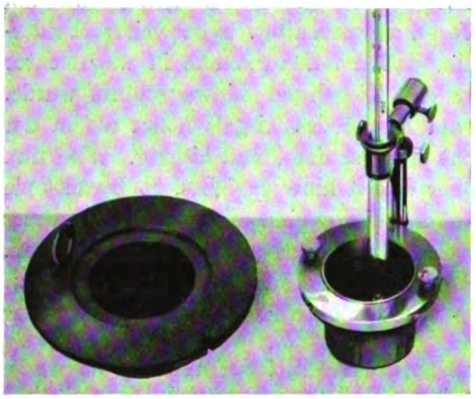


Abb. 5. Luftbad und Tiegel mit Thermometerhalter und 2 mm-Lehre.

Abb. 6. Tiegel mit Thermometerhalter und 5 mm-Lehre.

Abb. 7. Thermometerhalter vom Tiegel entfernt.

Flammrohr tragenden Stiftes in seiner Führung. Einer Abweichung des Stiftes von seiner ursprünglichen Richtung beispielsweise um 2 bis 3° entspricht bei 10 cm Rohrlänge ein Spielraum des Zündflämmchens in senkrechter Richtung um $3^1/_2$ bis 5 mm. Von einer Bewegung der Zündflamme in der Ebene des Tiegelrandes kann man in diesem Falle nicht mehr sprechen. Dieser Übelstand ist nunmehr durch die beschriebene Einrichtung behoben. Wegen der Ungenauigkeiten des Porzellan-

erfolgt daher die Zündung an dieser Stelle. Das Flammrohr ist um eine horizontale Achse drehbar. Bei der Drehung aus der Ruhelage mittels des Handrades senkt sich die Brennerdüse auf die Oberfläche herab, bis das Zündrohr einen in der Höhe verstellbaren Anschlag berührt. Die Zündflamme brennt dann in wagerechter Richtung über der Mitte der Öloberfläche in einstellbarem Abstande vom Ölspiegel. Durch eine Feder wird das Flammrohr in die Ruhelage zurückgedreht. Bei dem alten Apparat wurde das Zündrohr unmittelbar mit der Hand geführt. Der Druck der Hand am hinteren Ende des Rohrs (am Schlauchansatz) bewirkte bald infolge der großen Hebelwirkung eine Lockerung des das tiegels (ungenaue Abmessungen, unrunde Form) und wegen der schlechten Wärmeübertragung, die eine unnötig starke Wärmequelle bedingt, wurde er durch einen Metalltiegel ersetzt, der in genauen Abmessungen hergestellt werden kann.

Schließlich erschien die Beseitigung des im alten Apparat verwendeten Sandbades sehr wünschenswert. Die Wärmeübertragung durch Sand und Porzellantiegel ist so ungenügend, daß, besonders bei hoch entflammenden Ölen, unnötig große Brenner (drei- und fünfflammige) verwendet werden müssen, was zur Folge hat, daß die große Wärmeentwicklung für den Versuchausführenden sehr lästig fällt. Nach der Vorschrift soll

Digitized by Google

die untere Fläche des Tiegelbodens eine Entfernung von 2 mm vom Boden der Sandbadschale haben. Deshalb wird der Tiegel mit seinem ringförmigen Ansatz in ein eisernes Gestell gehängt, wodurch der Zwischenraum von 2 mm zwischen Sandbadschale und Tiegel gesichert sein soll. Es macht aber stets Mühe, den Tiegel soweit in den Sand zu drücken, daß der ringförmige Ansatz aufliegt. Oft geraten Sandkörner zwischen Ansatz und Eisenring, da der Tiegel nach der Vorschrift bis zur Höhe des Ölspiegels in Sand eingebettet werden muß. Auch wirkt der Sand, dessen Verunreinigung mit Öl auf die Dauer kaum zu vermeiden ist, unschön. Aus allen diesen Gründen wurde der neue Apparat mit Luftbad für den Tiegel versehen. Die Heizung kann mit Gas (Abb. 3) oder auf elektrischem Wege erfolgen. Im ersteren Falle ist der Apparat mit einem schalenförmigen Wärmefang versehen, der die Wärme der Heizflamme von den übrigen Teilen des Gerätes abhält. Er ist durch Bajonettverschluß mit dem Luftbade verbunden und kann durch Drehung leicht abgenommen werden. Bei elektrischer Heizung (Abb. 4) tritt an seine Stelle der elektrische Heizkörper, der in derselben Weise wie beim Wärmefang von unten über das Luftbad geschoben und durch geringe Drehung mittels Bajonettverschlusses befestigt wird. Beide Heizungseinrichtungen können also bei demselben Apparat beliebig gegeneinander ohne weiteres ausgewechselt werden. Der Temperaturanstieg wird mittels des beigegebenen elektrischen Widerstandes geregelt. Schließlich ist noch zu erwähnen, daß das dreibeinige Stativ höhergebaut und das Schutzblech vergrößert und abnehmbar gemacht ist.

Normierte Abmessungen mit den höchstzulässigen Abweichungen.

Tiegel, lichte Weite	40 ± 0,2
„ Tiefe	40 ± 0,2
„ Wandstärke	1 ± 0,2
„ obere Einfüllmarke, Abstand vom oberen Rande	10 ± 0,2
„ untere Einfüllmarke, Abstand vom oberen Rande	15 ± 0,2
„ Flansch, Abstand vom oberen Rande	10 ± 0,2
„ „ Durchmesser höchstens	60
Luftbad, lichte Weite	46 ± 0,2
Abstand des Tiegels vom Boden des Luftbades	2

Die folgende Zahlentafel zeigt, daß die Abweichungen zwischen den Einzelergebnissen den mittleren Versuchsfehler (3°) nicht überschreitet, in den meisten Fällen ihn nicht erreicht. Die fast vollkommene Mechanisierung der Versuchsausführung verbürgt auch bei der Benutzung des Apparats durch verschiedene Personen die Übereinstimmung der Ergebnisse innerhalb derselben Fehlergrenze.

Versuch Nr.	Flammpunkt im offenen Tiegel Normalapparat nach Schlüter	Abweichung	Versuch Nr.	Flammpunkt im offenen Tiegel Normalapparat nach Schlüter	Abweichung
1	144 146	2	14	278 281	3
2	145 146	1	15	284 284	0
3	155 156	1	16	284 286	2
4	158 160	2	17	292 292	0
5	176 178	2	18	298 301	3
6	202 203	1	19	307 308	1
7	203 204	1	20	312 313	1
8	216 217	1	21	314 314	0
9	215 218	3	22	315 318	3
10	223 225	2	23	329 332	3
11	243 245	2	24	340 341	1
12	244 247	3	25	345 348	3
13	268 269	1	26	372 374	2

Versuchsausführung.

I. Einstellung des Thermometers auf eine bestimmte Entfernung vom Tiegelrand und Tiegelboden mittels der Lehre.

Die Lehre wird so in den Tiegel gelegt, daß das Wandstück der Mitte der hinteren Tiegelwand anliegt (vgl. Abb. 5 und 6[1]). Dann wird das Thermometer mittels der Hülse in den Ring des Thermometerhalters gesteckt, durch Anziehen der Schraube im Ring festgeklemmt und durch Verschieben der herausziehbaren Teile des Thermometerhalters in wagerechter und senkrechter Richtung so eingestellt, daß seine Quecksilberkugel den Boden und das Wandstück der Lehre berührt. Nach Anziehen der beiden Schrauben des Thermometerhalters wird die Lehre um 180° wagerecht gedreht und aus dem Tiegel herausgehoben. Dieser wird nun, ohne aus dem Apparat herausgenommen zu werden, bis zur Strichmarke gefüllt (bei Zylinderölen bis zur unteren, bei Maschinenölen bis zur oberen). Dickflüssige Öle werden entsprechend angewärmt.

II. Einstellung der Zündflamme in die Ebene des Tiegelrandes. Das Zündrohr ist außer um seine Längsachse um eine zu dieser senkrecht stehenden wagerechten Achse drehbar. Es wird zunächst um seine Längsachse soweit gedreht, daß die Zündflamme wagerecht brennt. Dann wird die Gaszufuhr so geregelt, daß die Zündflamme 1 cm lang ist. Man klappt nun das Zündrohr durch Drehen um die wagerechte Achse an den auf dem Rande des Apparates befindlichen, durch Drehen in der Höhe und Tiefe verstellbaren und durch eine Schraube festgehaltenen Anschlag und stellt diesen so ein, daß sich der untere Rand der Zündflamme genau in der Ebene des Tiegelrandes befindet. Man stellt dies fest, indem man so über den Tiegelrand visiert, daß dieser nicht als Ellipse, sondern als gerade Linie erscheint, die mit dem unteren Rand der Zündflamme zusammenfallen muß.

Ausführung der Bestimmung.

Bei Gasheizung erhitzt man bei Ölen mit einem Flammpunkt bis etwa 250° mit einem einflammigen Bunsen-

[1] Die Abbildungen stellen Einstellungen mit der 2- und 5 mm-Lehre dar.

Digitized by Google

brenner. Bei höher entflammenden Ölen benutzt man einen Teklubrenner von mittlerer Größe. Die Wärmezufuhr wird (am besten mittels eines über den Gasschlauch geschobenen Quetschhahnes) so geregelt, daß die Temperatur bei Maschinenölen von 120° ab, bei Zylinderölen von 220° ab um 3 bis 5° (im Mittel um 4°) in der Minute steigt. Zweckmäßig beginnt man daher mit der Regelung des Temperaturanstiegs, sobald der Stand des Quecksilbers ablesbar ist. Für die Messung wird nur der dem Gerät beigegebene Satz von 2 Thermometern verwendet, die einen Meßbereich von etwa 40° bis 260° und 190° bis 410° umfassen und von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt so geeicht sind, daß sie bei einer Eintauchtiefe von 30 mm keine Berichtigung für den herausragenden Quecksilberfaden erfordern. Das Proben beginnt, sobald der vorgeschriebene Temperaturanstieg erreicht ist (von 120° bzw. 220° ab). Man neigt das Zündrohr und zählt im Augenblick des Anschlagens 0 und weiter in Abständen von einer Sekunde eins ... zwei. Bei „zwei" wird das Zündrohr wieder gehoben, so daß die Zündflamme sich 2 Sek. lang über der Oberfläche des Öls befindet. Der Versuch zur Entzündung des Dampf-Luftgemisches wird von Grad zu Grad Temperaturzunahme so lange fortgesetzt, bis die Verpuffung (zum ersten Male) eintritt. Die Temperatur, die das Thermometer in diesem Augenblicke anzeigt, gilt als Flammpunkt.

Für das Ansetzen eines neuen Versuchs unmittelbar nach Beendigung des vorhergehenden ist zu beachten, daß infolge des größeren Ausdehnungsvermögens des Tiegelmetalls ($\alpha = 18 \cdot 10^{-6}$) gegenüber dem des Eisens ($\alpha = 12 \cdot 10^{-6}$) der Flansch des Tiegels kurze Zeit festgeklemmt ist. Um wie geringe Zeiträume es sich dabei handelt, zeigt folgender Flammpunkt:

Tiegel beweglich	
240	etwa 5 Sek. nach dem Auslöschen der Flamme
250	„ 20 „ „ „ „ „ „
260	„ 30 „ „ „ „ „ „
270	„ 80 „ „ „ „ „ „
280	„ 150 „ „ „ „ „ „
290	„ 155 „ „ „ „ „ „
300	„ 115 „ „ „ „ „ „
310	„ 95 „ „ „ „ „ „
320	„ 64 „ „ „ „ „ „
330	„ 12 „ „ „ „ „ „
340	„ 0 „ „ „ „ „ „

2. Zähigkeitsbestimmung mit dem Englerschen Viskosimeter.

Bei Viskositätsbestimmungen ist eine der wichtigsten Arbeiten, vor der Bestimmung der Ausfließzeit des Öles, die genaue Einstellung der Versuchstemperatur. Wie die Versuchsergebnisse schon durch geringe Temperaturunterschiede beeinflußt werden können, zeigt Tabelle 1.

Die Fehler infolge ungenauer Einstellung der Temperatur erreichen also bei mehr als $^1/_{10}$° C Temperaturabweichung den mittleren Versuchsfehler und wachsen mit zunehmendem Temperaturfehler schnell an. Die Öltemperatur muß daher auf $^1/_{10}$° C genau eingestellt werden. Aber auch während des Ausfließens des Öls muß dessen Temperatur, namentlich bei höheren Zähigkeiten, auf gleicher Höhe gehalten werden. Gerade in diesem Bestreben unterliegt aber der Beobachter, der

Tabelle 1.

Temperatur °C	Englergrad	Abweichungen von dem Wert bei 100° C		Mittlerer Versuchsfehler bei der Viskositätsbestimmung, wenn der Englergrad etwa 5 ist[1]
		im Englergrad	in %	
101	4,55	—0,18	4	
100,5	4,64	—0,09	2	
100,0	4,73	0	0	
99,9	4,75	0,02	0,4	+0,7%
99,7	4,78	0,05	1	
99,5	4,82	0,09	2	
99,0	4,91	0,18	3,5	

nicht mit der Eigenart des Englerschen Viskosimeters vertraut ist, oft einer Täuschung über die wahre Temperatur des Öls, wie aus folgenden Versuchen hervorgeht. Anfragen aus dem Kreise der Antragsteller, die das Ergebnis der Prüfung im Amt nicht durch ihre eigenen oder an anderen Prüfstellen ausgeführten Versuche bestätigt fanden und um Aufklärung baten, gaben Veranlassung zu Versuchen, durch die eine sehr versteckt liegende Fehlerquelle aufgedeckt wurde, die sich bis jetzt der Beobachtung entzogen und sehr oft zu Differenzen geführt hat.

Tabelle 2.

Ausflußmenge ccm	Versuchstemperatur 50° C: Thermometeranzeige °C	Versuchstemperatur 100° C: Thermometeranzeige °C	Versuchstemperatur 100° C: Lufttemperatur oberhalb des Öles °C
0	50,0	100,0	97,0
50	49,9	99,8	96,9
100	49,8	99,7	96,9
150	49,7	99,4	96,9
200	49,4	99,1	96,8

Läßt man das Öl, nachdem es die gewünschte Temperatur angenommen hat, aus dem Viskosimeter ausfließen, so zeigt nach einiger Zeit das Thermometer eine niedrigere Temperatur an, als bei Beginn des Versuchs, und zwar erscheint diese um so niedriger, je mehr Öl ausgeflossen ist (vgl. Tabelle 2). Dieses Fallen des Quecksilbers suchen manche Beobachter durch stärkeres Heizen des Temperaturbades auszugleichen, um die Angabe des Thermometers auf den ursprünglichen Stand zu bringen, weil naturgemäß der Beobachter glaubt, die Temperatur des Öles sei infolge Abkühlung gefallen. Versuche haben aber ergeben, daß das Thermometer nicht niedriger anzeigt, weil das Öl sich abgekühlt hat, sondern weil das Quecksilbergefäß, das bei Beginn des Versuchs allseitig von Öl bedeckt war, beim Sinken des Flüssigkeitsspiegels mehr und mehr von Öl entblößt wird und infolgedessen von der Luft über dem Öl, deren Temperatur um einige Grad niedriger als die Öltemperatur ist, abgekühlt wird (vgl. hierzu die Abb. 8). In welchem Zeitpunkt des Versuchs die Thermometeranzeige sinkt, hängt von den Abmes-

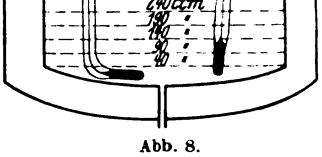


Abb. 8.

[1] Vgl. den weiter unten folgenden Aufsatz: „Fehlergrenzen von Viskositätsbestimmungen".

Digitized by Google

sungen des Thermometers ab. Das zu den Versuchen der Tabelle 2 benutzte Thermometer hatte ein etwa 15 mm langes Quecksilbergefäß. Wurde aber ein ebenfalls zum Apparat geliefertes Thermometer mit 10 mm langem Quecksilbergefäß verwendet, so zeigte es erst nach Ausfluß der Hauptmenge des Öls zu niedrig an, da das Quecksilbergefäß bei gleicher Eintauchtiefe naturgemäß erst nach Ausfluß einer größeren Menge Öl von diesem teilweise entblößt und dem Einfluß der kälteren Luft ausgesetzt wurde. Hat das Thermometer aber oberhalb des Gefäßes eine Erweiterung der Kapillare (s. Abb. 8), so tritt das Fallen der Quecksilbersäule schon im Anfang des Versuchs ein. Das Minimum der Thermometeranzeige stimmt in jedem Fall mit der Temperatur der Luft über dem Öl überein und tritt erst nach Beendigung des Ölausfließens auf, wenn der Einfluß der Luft auf das Thermometergefäß voll zur Geltung gekommen ist. Um die wahre Temperatur des Öls während des Ausfließens festzustellen, wurde statt des zum Apparat gehörigen Thermometers ein kniefömig gebogenes Thermometer verwendet, dessen Quecksilbergefäß in horizontaler Lage so tief als möglich (ohne den Boden des Viskosimeters zu berühren) in das Öl gesenkt wurde. Infolge seiner horizontalen Lage blieb das Quecksilbergefäß auch nach Ausfluß von 200 ccm Öl noch vollständig von dem im Viskosimeter verbleibenden Rest (40 ccm) bedeckt. Statt des Holzstiftes wurde zum Verschließen des Ausflußröhrchens ein durch die Öffnung in der Mitte des Deckels eingeführtes Thermometer benutzt. Um das Öl ausfließen zu lassen, wurde es gehoben, und zwar so weit, daß es beim Sinken des Ölspiegels in derselben Weise teilweise vom Öl entblößt wurde, wie das zum Apparat gehörende Thermometer bei den oben beschriebenen Versuchen der Tabelle 2. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in Tabelle 3 enthalten. Es trat bei dem letztgenannten Apparat-Thermometer die gewöhnliche Erscheinung des Fallens des Quecksilbers auf, zunehmend nach Maßgabe der Ausflußmenge des Öls. Dagegen zeigte das Kniethermometer bis zur Beendigung des Ausfließens unverändert die anfängliche Temperatur, die also die wahre Temperatur des Öls sein muß.

Tabelle 3.

Ausfluß ccm	Thermometeranzeige			
	Versuchstemperatur 50° C		Versuchstemperatur 99,6° C	
	Verschluß-thermometer °C	Knie-thermometer °C	Verschluß-thermometer °C	Knie-thermometer °C
0	50	50	99,6	99,6
50	49,5	50	99	99,6
100	49,1	50	98,8	99,6
150	49,0	50	98,5	99,6
200	49,0	50	98,2	99,6

Die Versuche lassen erkennen, daß man das bei der Bestimmung der Engler-Viskosität während des Ausfließens des Öls auftretende Sinken der Quecksilbersäule des Thermometers nicht zu beachten braucht, weil es nur dadurch verursacht wird, daß der untere Teil des Quecksilberfadens, der nicht mehr kapillar ist, manchmal sogar eine Erweiterung zeigt, vom Öl nicht mehr bedeckt ist. Gegen Ende der Ausflußzeit liegt sogar der obere Teil des Quecksilbergefäßes außerhalb des Öles. Erweiterungen der Kapillare müssen stets innerhalb des Raumes, dessen Temperatur gemessen werden soll, liegen, da die durch Nichterfüllung dieser Bedingung bewirkten erheblichen Fehler nicht wie die Fadenkorrektur berechnet werden können. Die Temperatur des Versuchsöls im Englerschen Viskosimeter bleibt während der Fließzeit gleich, solange das Bad seine Temperatur behält. Diese soll erfahrungsgemäß bei der Versuchstemperatur 50° für Maschinenöle 50 bis 50,1° C, für Zylinderöle 50,2 bis 50,3° C betragen. Bei der Versuchstemperatur 100° C soll das Bad 101° C haben. Werden diese Temperaturen überschritten, so entstehen erhebliche Fehler, die naturgemäß immer in demselben Sinne, und zwar im Sinne einer Erniedrigung des Viskositätswertes, wirken. Um festzustellen, um wieviel hierbei das Öl überhitzt und die Viskosität zu niedrig gefunden wird, wurden noch mehrere Versuche unter Benutzung eines zweiten Winkelthermometers ausgeführt, das die wahre Temperatur des Öles angab, da es bis zum Schluß des Ausfließens vom Öl bedeckt blieb. Ein drittes Thermometer zeigte die Temperatur des Bades an, die entsprechend der Ausflußmenge gesteigert wurde, damit das Apparatthermometer gleichbleibend 50° C oder 100° C zeigte. Die Englergrade der benutzten Öle waren durch eine besondere Versuchsreihe genau bestimmt worden. Die Tabelle 4 zeigt die Ergebnisse von zwei Versuchen. Die letzten drei Spalten der Tabelle zeigen, daß die bei der hier in Rede stehenden falschen Arbeitsweise entstehenden Fehler mit der Fließzeit und der Versuchstemperatur zunehmen.

Tabelle 4.

Versuchstemp. u. Wasserwert des Apparates	Englergrad	Ausflußvolumen	Badtemp. Wasserbad °C	Badtemp. Ölbad °C	Scheinbare Temp. des Öles[1] °C	Wahre Temp. des Öles[2] °C	Öltemp. ist zu hoch um °C	Fließzeit des Öles in Sekunden	Englergrad	Englergrad ist zu niedrig um absolut	Englergrad ist zu niedrig um %
		0	50,3	—	50,0	50,0	—	—	—	—	—
50°	7,71	100	51,2	—	50,0	50,5	0,5	160	7,37[3]	0,34	4,4
51″		200	54,0	—	50,0	52,0	2,0	370	7,26	0,45	5,8
		0	—	101	100,0	100,0	—	—	—	—	—
100°	3,84	100	—	104	100,0	102,0	2,0	70	3,28[3]	0,56	14
50,2″		200	—	107	100,0	104,0	4,0	152	3,03	0,81	21

Daß die Viskositätsbestimmung an manchen Stellen tatsächlich in dieser Weise ausgeführt wird, zeigt folgendes Beispiel: Der Englergrad eines vor kurzem eingelieferten Öles wurde zu 6,13 (50°) gefunden, während der Einsender, der nach seiner Angabe in dieser Bestimmung sehr geübt war, bei wiederholten Versuchen 5,82 bis 5,88 ermittelt hatte. Zur Aufklärung des Sachverhalts wurde die Bestimmung mit der Abänderung wiederholt, daß die Badtemperatur soweit gesteigert wurde, daß das Apparatthermometer während des Aus-

[1] Berechnet aus der Ausflußzeit von 100 ccm Öl durch Multiplikation mit 2,35.
[2] Anzeige des Apparatthermometers.
[3] Anzeige des Kniethermometers.

Digitized by Google

fließens des Öls stets 50° zeigte. Bei dieser Arbeitsweise ergaben sich die Werte 5,84 und 5,88, woraus hervorgeht, daß auch der Einlieferer die Bestimmung in dieser nach obigem fehlerhaften Art ausgeführt hatte.

Ein Thermometer, das die wahre Temperatur des Öles im Englerschen Viskosimeter angibt und bei jedem Englerapparat verwendet werden kann, ist der Firma Dr. Heinrich Göckel, Fabrik chemischer Apparate, Berlin NW 6, Luisenstraße 21, gesetzlich geschützt.

3. Die Meßkolben für das Englersche Viskosimeter.

Nach Mitteilungen von verschiedenen Seiten sind die Meßkolben für Englersche Zähigkeitsmesser stets auf Ausguß geeicht. Es wird beklagt, daß Kolben auf Einguß nicht zu haben sind und nur auf besonderen Wunsch angefertigt werden. Von der Seite der Fabrikanten wird angeführt, daß auf Einguß geeichte Kolben von den Verbrauchern zurückgewiesen werden. Da aber bei Viskositätsbestimmungen mit dem Englerschen Viskosimeter zur Messung der Kolben gefüllt wird, wozu selbstverständlich ein auf Einguß geeichter Kolben erforderlich ist, so ist es doch auffallend, daß solche Meßgefäße nicht im Handel sind. Die Ursache dieses sonderbaren Zustandes scheint nun folgende zu sein: Man muß unterscheiden zwischen der Prüfung des Englerschen Viskosimeters (Feststellung des Wasserwerts) und dem Gebrauch desselben zu Zähigkeitsbestimmungen. Die Prüfungsbestimmungen sind im Jahre 1907 zwischen dem Materialprüfungsamt in Groß-Lichterfelde (jetzt Berlin-Dahlem), der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt in Charlottenburg und der Badischen Prüfungs- und Versuchsanstalt in Karlsruhe vereinbart worden. Sie sind im Jahrgang 1907 der Zeitschriften: Chemiker-Zeitung (S. 447), Chemische Revue (S. 118), Chemische Industrie (S. 211), Petroleum (S. 602) und Zeitschrift für angewandte Chemie (S. 832) veröffentlicht worden. Sie schreiben vor, daß zur Messung des Volumens des ausfließenden Wassers ein auf Ausguß geeichter Meßkolben benutzt werden soll. Dies ist auch ganz erklärlich. Da die Messung von 200 ccm Wasser sehr oft wiederholt werden muß (bis gleichbleibende Werte erhalten werden), so wäre es unpraktisch, einen auf Einguß geprüften Kolben zu verwenden, da dieser vor jeder Messung wieder getrocknet werden müßte. Außerdem soll nach der Vorschrift das Viskosimeter dadurch mit Wasser gefüllt werden, daß man den mit Wasser bis zum Rand gefüllten Meßkolben in das Viskosimeter entleert.

Die Vorschrift, daß für die Prüfung des Englerschen Zähigkeitsmessers ein auf Ausguß eingerichteter Kolben zu benutzen ist, gründet sich auf die „Eichvorschriften für Meßwerkzeuge für chemische Untersuchungen“ vom 2. August 1904 (vgl. Mitt. d. Kais. Normal-Eichungskommission, 2. Reihe, Nr. 17, S. 220), die für Zähigkeitsmesser Kolben auf Ausguß vorschreiben. Man darf hieraus aber nicht herleiten, daß bei der Bestimmung der Zähigkeit von Ölen mit dem Englerschen Viskosimeter auf Ausguß geeichte Kolben verwendet werden müßten. Denn man kann in diesem Falle den Kolben auf Ausguß nicht wie bei Wasser dadurch auf Einguß verwendbar machen, daß man ihn mit Öl benetzt, da die an der Gefäßwand haftende Flüssigkeitsmenge bei Öl eine andere ist als bei Wasser, das zur Bestimmung des Rauminhaltes diente. Die erwähnte Vorschrift der Eichordnung besteht überdies heute nicht mehr. Man kann also sowohl bei der Bestimmung des Wasserwertes als auch bei Zähigkeitsbestimmungen auf Einguß geeichte Meßkolben benutzen, natürlich in trockenem Zustande. Da diese Kolben aber, wie bereits oben bemerkt, vor jeder Messung des Wasserwertes getrocknet werden müssen, so ist es am vorteilhaftesten, einen Kolben zu benutzen, der zwei Marken, eine untere für Einguß und eine obere für Ausguß, besitzt, denn nach der Bekanntmachung der Normal-Eichungskommission vom 3. August 1909, Art. 14, § 2, Ziffer 3 sind auch Meßgeräte, die zugleich auf Einguß und Ausguß eingerichtet sind, zulässig (vgl. Mitt. d. Normal-Eichungskommission, 3. Reihe, S. 96). Der Satz in den Prüfungsbestimmungen: „Die Meßkolben sollen nur eine Marke bei 200 ccm haben“ ist somit zu streichen.

Für die Benutzung des Kolbens auf Ausguß ist folgende Festsetzung der Eichordnung (a. a. O.) zu beachten: „Meßwerkzeuge mit Mündung neigt man beim Ausgießen allmählich, bis sie sich in möglichst senkrechter Lage befinden. Eine halbe Minute nach Beendigung des zusammenhängenden Ausflusses streicht man die Mündung an dem die Füllung aufnehmenden Gefäße ab.“ Der Satz in den Prüfungsvorschriften: „Vor jedesmaligem Gebrauche läßt man sie 1 Min. austropfen“ trifft also nicht mehr zu.

4. Fehlergrenzen von Viskositätsbestimmungen.

Im Materialprüfungswesen ergibt sich häufig die Aufgabe festzustellen, ob der Unterschied zwischen den an verschiedenen Prüfungsstellen gefundenen Ergebnissen auf experimentellen Fehlern oder auf Verschiedenheiten des Probematerials beruht, sei es, daß diese von vornherein bestanden haben oder sei es, daß sie in der Zwischenzeit entstanden sind. Hierzu bedarf es der Kenntnis der Fehlergrenze des in Betracht kommenden Prüfungsverfahrens. Ähnlich liegt der Fall, wenn es sich um die Prüfung von Lieferungsproben im Vergleich zur Angebotsprobe (Kaufprobe) handelt oder wenn das Material von den Lieferungsbedingungen abweicht. Immer ist es für die Prüfungsstelle von großer Wichtigkeit, zuverlässige Anhaltspunkte für die Genauigkeit des angewandten Prüfungsverfahrens und für die Fehlerhöchstgrenze zu besitzen.

Keine Messung ist bekanntlich fehlerfrei, wie sich bei Wiederholung der Messung oder bei der Messung von mathematisch bedingten Größen zeigt. Die Fehler aber sind verschiedener Art. Regelmäßige oder systematische Fehler sind Fehler, die immer in demselben Sinne wirken, z. B. falsche Anzeigen des Apparates oder grundsätzliche Irrtümer des Beobachters. Sogenannte grobe Fehler entstehen durch Fahrlässigkeit des Beobachters und sind der mathematischen Behandlung überhaupt nicht zugänglich. Fehler, die durch Unvollkommenheit der menschlichen Sinne bedingt sind und deshalb durch keine noch so große Sorgfalt völlig zum Verschwinden gebracht werden können, sind zufällige, unregelmäßige oder unvermeidliche Beobachtungsfehler. Sie sind mit gleicher Wahrscheinlichkeit positiv oder

Digitized by Google

negativ. Nur um diese Fehler handelt es sich in den folgenden Rechnungen.

Der Viskositätsbestimmung mit dem Englerschen Viskositätsmeter liegt die Funktion

$$z = f(t, \tau) = \frac{t}{\tau} \qquad (1)$$

zugrunde, in der z die Zähigkeit, t und τ die Ausflußzeiten von Öl und Wasser bedeuten. Läßt man t um den Fehler ε_t, τ um den Fehler ε_τ wachsen oder abnehmen, so erhält man das fehlerhafte Ergebnis

$$z' = f(t \pm \varepsilon_t, \tau \pm \varepsilon_\tau). \qquad (2)$$

Der Fehler in z ist

$$z' - z = \Delta z = f(t \pm \varepsilon_\tau, \tau \pm \varepsilon_\tau) - f(t, \tau). \qquad (3)$$

Entwickelt man nach dem Taylorschen Satze in eine Reihe, vernachlässigt die mit den höheren Potenzen der Fehler behafteten Glieder, so geht (3) über in

$$\Delta z = \pm \frac{f'(t, \tau)}{\delta t} \varepsilon_t \pm \frac{f'(t, \tau)}{\delta \tau} \varepsilon_\tau. \qquad (4)$$

Die Differentiation der Funktion $\frac{t}{\tau}$ nach t ergibt: $\frac{1}{\tau}$ nach τ: $-\frac{t}{\tau^2}$. Demnach ist

$$\Delta z = \pm \frac{1}{\tau} \varepsilon_t \mp \frac{t}{\tau^2} \varepsilon_\tau. \qquad 4\,a$$

Das Fehlermaximum tritt offenbar ein, wenn die Fehler ε_t und ε_τ in Gleichung (4a) entgegengesetztes Vorzeichen haben. In diesem Falle ist

$$\Delta z = \pm \left(\frac{1}{\tau} \varepsilon_t + \frac{t}{\tau^2} \varepsilon_\tau \right).$$

Setzt man $t = \tau z$, so wird

$$\Delta z = \pm \frac{\varepsilon_t + \varepsilon_\tau z}{\tau}. \qquad (5)$$

Da man die wahren Fehler ε nicht erkennt, so muß man an deren Stelle den aus der Ausgleichung erhaltenen mittleren Fehler setzen. Dieser ist für die Ausflußzeit des Öls der mittlere Fehler m_t einer Einzelbestimmung, für den Wasserwert oder Eichwert des Viskosimeters, da dieser nach den Vorschriften über die Eichung als Mittel aus 6 Einzelbeobachtungen bestimmt wird, der mittlere Fehler des arithmetischen Mittels. Ist m_τ der mittlere Fehler einer Einzelbestimmung der Ausflußzeit des Wassers, so ist der mittlere Fehler des Mittels aus 6 Beobachtungen $\frac{m_\tau}{\sqrt{6}}$.

Ferner ist zu berücksichtigen, daß Δz nicht als mittlerer, sondern als Höchstwert bestimmt werden soll. Demnach darf man an die Stelle der ε auch nicht m_t und $\frac{m_\tau}{\sqrt{6}}$ setzen, sondern den Höchstwert des Fehlers, der bei einer Einzelbestimmung der Ausflußzeit des Öles bzw. bei der Bestimmung des Wasserwertes, bei Anwendung aller Sorgfalt möglich ist. Daß dieser Höchstwert eine bestimmte Grenze nicht überschreitet, unterliegt keinem Zweifel. Die Methode der kleinsten Quadrate bietet unmittelbar zwar keine Möglichkeit, diese Grenze zu bestimmen, aber es ergibt sich aus indirekten Methoden, daß die Grenze etwa beim Dreifachen des mittleren Fehlers erreicht wird. Führt man $3\,m_t$ bzw. $3\frac{m_\tau}{\sqrt{6}}$ in Gleichung (5) für die wahren Fehler ε ein und setzt gleichzeitig für den Eichwert τ den Näherungswert 50, so erhält man

$$\Delta z_{max} = \pm \frac{3 m_t + \frac{3 m_\tau}{\sqrt{6}} z}{50}.$$

Hierin ist m_τ als Konstante zu betrachten, da ja der Eichwert, wenn er auch von Zeit zu Zeit neu bestimmt wird, sich doch nur wenig ändert, was auch für seinen mittleren Fehler gilt, der im vorliegenden Fall durch Versuche zu 0,2 Sek. bestimmt wurde. Somit erhält man endgültig:

$$\Delta z_{max} = \pm (0{,}06\, m_t + 0{,}005 z) \qquad (6)$$

Somit erübrigt sich noch, m_t für jedes z zu bestimmen. Durch eine Reihe von Versuchen wurden die in folgender Tabelle enthaltenen Ergebnisse gefunden, aus denen sich durch Interpolation für jeden beliebigen anderen Wert der Zähigkeit der Höchstfehler entnehmen läßt.

Fehlergrenzen für Zähigkeitsbestimmungen von Ölen mit dem Englerschen Viskosimeter.

Größenordnung der Zähigkeit	Mittlerer Fehler der Ausflußzeit des Öles in Sekunden	Höchstfehler in der Zähigkeit gemäß Formel (6)
5	± 1,3	± 0,10
10	± 1,7	± 0,15
20	± 2,4	± 0,25
30	± 3,3	± 0,35
40	± 4,3	± 0,45
50	± 5,6	± 0,60
60	± 7,8	± 0,75
70	± 11,2	± 1,0
80	± 17,3	± 1,5
90	± 26,8	± 2,0
100	± 39	± 2,8

Die Analyse der Kaltasphalte.

Von **J. Marcusson.**

Die Verwendung der Kaltasphalte hat in neuerer Zeit sehr an Bedeutung gewonnen. Man versteht unter Kaltasphalten wäßrige Emulsionen natürlicher oder künstlicher Asphalte, bei denen das sonst wasserunlösliche Bitumen in kolloider Form mittels Emulgatoren in der Schwebe gehalten wird. Als Emulgatoren kommen hauptsächlich Seifen von Fett-, Harz- und Naphtensäuren, ferner Ton und Sulfitlauge in Betracht. Die Analyse der Kaltasphalte ist oftmals recht verwickelt. Die wichtigste Bestimmung ist die Feststellung des Bitumengehaltes; das Bitumen läßt sich aus der Emulsion mit Benzol nicht ausziehen, durch Mineralsäure tritt zwar Abscheidung ein, gleichzeitig fallen aber die vom Emulgator herrührenden Säuren aus. Die Bitumenbestimmung erfolgte im Materialprüfungsamt früher in der Weise, daß der zu prüfende Kaltasphalt mit Benzol und 50proz. Alkohol geschüttelt wurde. Dabei gingen die vorhandenen Seifen in die alkoholische Schicht über.

Digitized by Google

Bei dieser Arbeitsweise entstanden aber sehr schwer trennbare Emulsionen. Einfach und bequem kommt man dagegen folgendermaßen zum Ziel:

10 g Kaltasphalt werden mit 25 ccm 96proz. Alkohol unter Umschütteln allmählich versetzt. Durch den Alkohol wird das Bitumen ausgeflockt und ballt sich zusammen. Die alkoholische Lösung wird abgetrennt, hinterher wird mit 10 ccm Alkohol nachgewaschen. In der alkoholischen Lösung finden sich neben Emulgatoren geringe Mengen öliger, zum Bitumen gehöriger Bestandteile. Um letztere der Bestimmung zugänglich zu machen, versetzt man die vereinigten alkoholischen Auszüge nach Filtration mit 20 ccm Wasser und schüttelt mit Benzol aus, wobei auftretende Emulsionen durch Alkohol geklärt werden. Die Benzollösung setzt man zu dem Bitumen hinzu, filtriert etwa unlöslich bleibende Anteile ab, verdampft das Lösungsmittel, trocknet und wägt. Bei der Bitumenbestimmung ist zu berücksichtigen, daß nach neueren Festsetzungen die löslichen Anteile der Stein- und Braunkohlenteere nicht mehr als „Bitumen" angesprochen werden, diese Bezeichung soll vielmehr dem Natur- und Erdölasphalt vorbehalten bleiben. Eine Untersuchung des abgeschiedenen Benzollöslichen auf Teere und Teerpeche ist daher unumgänglich. Sie erfolgt mittels der Graefeschen Diazobenzolchloridreaktion. Tritt Rotfärbung oder Bildung eines roten Niederschlages ein, so sind Teerprodukte zugegen. Ob gleichzeitig Bitumen vorliegt, läßt sich durch die Sulfurierungsprobe des Verfassers nachweisen, bei der 3 g der benzollöslichen Stoffe mit 6 ccm konzentrierter Schwefelsäure $^3/_4$ St. im Wasserbade unter mehrfachem Umrühren erwärmt werden. Nach dem Erkalten spült man das Reaktionsprodukt mit etwa 500 ccm Wasser in einen Erlenmeyerkolben. War nur Steinkohlenteer oder -pech zugegen, so erhält man nahezu vollständige Lösung, ein Zusatz von Bitumen bedingt in der wäßrigen Flüssigkeit einen schwarzen Niederschlag, dessen Menge Anhaltspunkte für die Beurteilung des prozentualen Bitumenzusatzes liefert, sofern nicht Braunkohlenteerpeche zugegen sind. Diese bilden, ebenso wie Bitumen, wasserunlösliche Additionsprodukte, verraten sich jedoch (bei Abwesenheit von Steinkohlenteer) durch die Diazoprobe.

Neben der Feststellung des Bitumengehaltes ist die Kennzeichnung des Emulgators von Bedeutung. Lagen als Emulgierungsmittel Seifen vor, was meistens der Fall ist, so dampft man die alkoholische, bei der Bestimmung des Bitumengehalts erhältliche Lösung zur Trockne, nimmt mit Wasser auf und scheidet die Säuren ab. Diese können Fett-, Harz- oder Naphtensäuren sein. Harzsäuren werden durch die Morawskische Reaktion erkannt, Naphtensäuren bilden im Gegensatz zu den Fettsäuren mit Formaldehyd und Schwefelsäure ätherunlösliche Formolite und lösen sich in Form ihrer Kupferseifen mit grüner Farbe in Benzin auf.

An Stelle von Natron- und Kaliseifen werden hier und da Ammoniakseifen verwandt. In diesem Falle tritt beim Erwärmen der Emulsion mit Natronlauge Ammoniakgeruch auf, der alkoholische Auszug liefert beim Eindampfen nicht wasserlösliche Seife, sondern, infolge Dissoziation, wasserunlösliche Fettsäuren.

Bestand der Emulgator aus Ton, so bleibt dieser bei der Bitumenbestimmung benzolunlöslich zurück. Sulfitlauge geht bei der Ausfällung des Bitumens zum Teil ebenso wie Seife in die alkoholische Lösung über, ein Teil verbleibt dagegen beim Bitumen und kann von diesem durch Benzol getrennt werden. Am einfachsten isoliert man größere, zur Kennzeichnung ausreichende Mengen der Sulfitlauge folgendermaßen: 50 ccm der Kaltasphaltemulsion werden mit dem gleichen Raumteil 70proz. Alkohol versetzt und kurze Zeit im Dampfbade erwärmt. Dann wird filtriert und das Filtrat eingedampft. Man erhält eine feste, dunkelbraune Masse, die nachfolgende Reaktionen gibt: Auf Zusatz überschüssiger, verdünnter Salzsäure entsteht ein hellfarbiger Niederschlag von Ligninsulfosäure. Der Niederschlag wird nicht wie Fett- und Harzsäure von Benzol oder Äther aufgenommen. Erwärmt man mit der verdünnten Säure, so färbt sich der Niederschlag unter tiefgreifender Zersetzung dunkel, gleichzeitig tritt Geruch nach schwefliger Säure auf. Konzentrierte Salzsäure bedingt schon in der Kälte die angegebene Zersetzung. In der salzsauren Lösung kann man mittels Ammoniak und Ammonkarbonat oder Oxalat beträchtliche Mengen Kalk nachweisen. Alkohol fällt aus einer wäßrigen Lösung der Sulfitlauge ligninsulfosauren Kalk aus, der abfiltriert und als solcher gekennzeichnet werden kann; er löst sich in Wasser und spaltet beim Erhitzen mit Salzsäure wie Natronlauge schweflige Säure ab. Fehlingsche Lösung wird von der Sulfitlauge stark reduziert, die α-Naphtol-Schwefelsäurereaktion auf Kohlehydrate tritt deutlich ein.

Der dritte Hauptbestandteil der Asphaltemulsionen, das Wasser, wird am sichersten nach dem Xylolverfahren ermittelt. In der nachfolgenden Tabelle sind die Ergebnisse der Untersuchung von 6 Kaltasphalten zusammengestellt. Der Bitumengehalt lag zwischen 30 und 53%, der Seifengehalt zwischen 0,7 und 3%, der Wassergehalt zwischen 31 und 68%. Bei einer Probe bestand der Emulgator aus Sulfitlauge. Diese Emulsion gab bei der Diazoreaktion starke Rotfärbung; daher wurde zunächst angenommen, daß Teer zugegen sei. Im Laufe der weiteren Untersuchung fiel jedoch auf, daß die abgeschiedenen, in Benzol löslichen, bituminösen Stoffe bei der Sulfurierungsprobe nicht in wasserlösliche Verbindungen überführbar waren, sondern unlösliche Additionsprodukte bildeten; sie reagierten auch im Gegensatz zu der ursprünglichen Probe nicht mit Diazobenzolchlorid. Es stellte sich heraus, daß Sulfitlauge infolge ihres Gehaltes an phenolartigen Körpern sehr starke Diazoreaktion gibt und demzufolge einen Teergehalt der Emulsion vortäuscht. Auf diese Verhältnisse ist bei der Beurteilung der Kaltasphalte Rücksicht zu nehmen.

Zusammensetzung von 6 Kalkasphalten.

Lfd. Nr	Bitumen	Emulgator		Wasser	Teere und Teerpeche
	%	%	Art	%	
1	30	2	Alkaliseife	68	nicht zugegen
2	46,9	0,7	desgl.	51,6	desgl.
3	47	3	desgl.	49	desgl.
4	47,1	0,7	desgl.	51	desgl.
5	52,5	—	—	41	desgl.
6	49,2	—	Sulfitlauge	31,5	desgl.

Digitized by Google

Der chemische Aufbau der Braunkohlen[1].

Von J. Marcusson.

Braunkohlen enthalten durchschnittlich 69% Kohlenstoff, 5,5% Wasserstoff, 25% Sauerstoff und 0,8% Stickstoff (bezogen auf Reinkohle).

In Verfolg von Untersuchungen über die Vorgänge bei der Vermoderung des Holzes und bei der Torfbildung ist es jetzt gelungen, einen tieferen Einblick in den chemischen Aufbau der Braunkohlen zu gewinnen. Als Bestandteile der Braunkohlen sind neben Wasser und Mineralstoffen erkannt: Wachse, Harze, freie Huminsäuren, Huminsäureanhydride, Huminketone, wasserlösliche Aldehydkarbonsäuren, Essigsäure, Lignin und Zellulose. Die Trennung dieser Bestandteile voneinander und ihre quantitative Bestimmung erfolgt folgendermaßen:

Zunächst werden mit Tetrachlorkohlenstoff Wachs- und Harzstoffe ausgezogen. Tetra hat von allen bekannten Solventien für Braunkohlenbitumen das größte Lösungsvermögen. Die Trennung von Wachs und Harz geschieht mit Äther-Alkohol bei erniedrigter Temperatur; die Wachsstoffe bleiben ungelöst. Aus der entbituminierten Kohle werden durch Ammoniak bei Zimmerwärme die freien Huminsäuren ausgezogen, eine zweite Probe wird mit 1 proz. Natronlauge eine Stunde im Wasserbade erwärmt. Schon bei dieser milden Behandlung hydratisieren sich die Huminsäureanhydride; aus der alkalischen Lösung gewinnt man durch schwaches Ansäuern mit $^1/_2$-n-Salzsäure die vorliegenden Gesamthuminsäuren, von denen behufs Berechnung der Anhydride die freien Säuren in Abzug gebracht werden.

Die vom Huminsäureniederschlage abfiltrierte salzsaure Lösung dampft man bei niedriger Temperatur, evtl. unter Luftverdünnung, ein und nimmt den Rückstand behufs Abtrennung von Kochsalz mit 80proz. Alkohol auf. Nach dem Abdampfen des Alkohols wiederholt man die Behandlung mit kleinen Mengen Lösungsmittel, bringt dann zur Trockne und wägt. Von dem erhaltenen Gewicht zieht man den Aschengehalt ab und erfährt so den Prozentgehalt an wasserlöslichen Aldehydkarbonsäuren.

Die in 1 proz. Natronlauge unlöslichen Anteile der Braunkohle können Lignin, Huminketone und Zellulose enthalten. Zur näheren Kennzeichnung behandelt man das Material nach Willstätter-Krull mit hochkonzentrierter Salzsäure, welche die Zellulose leicht löst. Die Trennung von Huminketonen und Lignin begegnete anfangs Schwierigkeiten; sie gelang mit Hilfe von Resorzin. Das Lignin-Humingemisch wird unter Rühren in 3 bis 4 Teile geschmolzenes Resorzin bei etwa 170° eingetragen und etwa 10 Min. auf dieser Temperatur gehalten. Dann läßt man erkalten und verdünnt mit erwärmtem Alkohol. Das gebildete Resorzin-Lignin geht in Lösung, die Huminketone werden abfiltriert, mit heißem Alkohol ausgewaschen und getrocknet. Etwaige Asche wird in Abzug gebracht.

Die Zellulose bestimmt man zweckmäßig nicht im Alkaliunlöslichen, sondern direkt in der entbituminierten Kohle, und zwar nach dem gewichtsanalytischen Verfahren von Croß und Bevan durch Chlorierung. Zur Bestimmung der flüchtigen Säuren (hauptsächlich Essigsäure) verwendet man die ursprüngliche Kohle; diese wird mit Lauge verseift und hierauf mit Schwefel-

[1] Original in Z. f. angew. Chem. 1927, S. 1104.

Ergebnisse der Untersuchung von 6 Braunkohlen.

Art der Kohle	Fundort	Äußere Beschaffenheit	Bitumen %	Freie Huminsäure %	Huminsäureanhydride %	Huminketone %	Zellulose (pentosanhaltig) %	Lignin %	Wasserlösliche Aldehydcarbonsäuren %	Flüchtige Fettsäuren (Essigsäure) %	Wasser %	Asche %
Lignite	Niederlausitz Miocän	Braune, fest zusammenhängende Masse von Holzstruktur	0,7	4,5	12,5	4,5	26,0	28,0	7,4	3,2	9,0	1,5
	Mitteldeutsches Braunkohlenvorkommen	Braune, fest zusammenhängende Masse von ausgesprochener Holzstruktur, z. T. mit Borke bedeckt	0,7	2,5	37,5	1,4	10,0	30,6	3.1	1,4	7,3	1,7
Erdige Braunkohle	Grube Ilse	hellbraun, matt, erdig	5,3	29,0	32,4	4,3	0,6	6,4	2,6	0,6	9,7	10,5
Hochwertige böhmische Braunkohle	Kaaden bei Komotau	Dunkelbraune, fest zusammenhängende Masse, an einzelnen Stellen glänzend	1,2	Spuren	19,6	51,9	2,6	6,3	0,9	1,0	11,0	6,2
Alkalilösliche Braunkohle	Wellmitz (Lausitz)	braun, matt, erdig	6,4	63,8	0	0,7	1,0	1,0	1,5	1,4	13,6	9,5
	Schermeisel (Mark)	Hellbraun, matt, deutliche Holzstruktur	1,5	33,0	0	0,6	15,3	0,9	2,2	0,7	41,0	1,6

Digitized by Google

säure angesäuert. Durch Wasserdampf wird die Essigsäure abgetrieben und im Destillat titriert.

In der angegebenen Weise sind hier vier Braunkohlentypen untersucht, zwei Lignite von gut erhaltener Holzstruktur, eine erdige Braunkohle, eine hochwertige böhmische Kohle und zwei sog. alkalilösliche Braunkohlen. Die Ergebnisse sind in der Tabelle (S. 89) zusammengestellt.

Die aus Baumstämmen gebildeten Lignite enthalten als Hauptbestandteile Huminsäureanhydride (12,5 und 37,5%), Lignin (28 und 30,6%), Zellulose (26 und 10%) sowie wasserlösliche Aldehydkarbonsäuren (7,4 und 3,1%). Bei der erdigen Braunkohle ist die Inkohlung erheblich weiter fortgeschritten. Von der Zellulose finden sich nur noch 0,6%, vom Lignin 6,4%, beide Urstoffe sind größtenteils in Huminsäuren (29%) und Huminsäureanhydride (32,4%) übergegangen. Der Gehalt an Huminketonen beträgt 4,3%. Es handelt sich um eine junge Kohle. Die Menge der Huminketone steigt mit dem Alter. Die hochwertige böhmische Kohle, welche weit älter ist als die geprüften deutschen Vorkommen, besteht zu 51,9% aus Huminketonen, daneben finden sich 19,6% Huminsäureanhydride, 6,3% Lignin und 2,6% Zellulose.

Die alkalilöslichen Kohlen unterscheiden sich von den übrigen Typen dadurch, daß sie schon in Soda und verdünntem Ammoniak größtenteils löslich sind; sie finden sich hauptsächlich im Ausgehenden der Kohlenflöze und sind eine Vorstufe, nicht, wie die Geologen zum Teil annehmen, ein sekundäres Umwandlungsprodukt der normalen Braunkohle. Huminsäureanhydride und Huminketone fehlen, den Hauptbestandteil bilden freie Huminsäuren. Die Zellulose ist in Form von Oxyzellulose zugegen. So erklärt es sich, daß die Probe von Schermeisel, obwohl sie 15,3% Zellulose enthält, in kalter 1proz. Sodalösung bis auf 1,9% löslich ist.

Die in den Kohlen vorkommenden wasserlöslichen Aldehydkarbonsäuren reduzieren ammoniakalisches Silbernitrat und Fehlingsche Lösung, geben mit Naphthoresorzin die Tollenssche Glukuronsäurereaktion[1] und entwickeln beim Destillieren mit Salzsäure Furfurol. Es liegt ein Gemisch von Glukuronsäure mit einer dunklen lackartigen Säure vor. Diese läßt sich von der Glukuronsäure dadurch trennen, daß man sie in essigsaurer Lösung fällt, während Glukuron erst durch den basischen Bleiessig niedergeschlagen wird. Die dunkle Säure kann man künstlich aus Glukuronsäure herstellen, indem man eine wäßrige Glukuronsäurelösung in Gegenwart von Alkali auf Watte verteilt und unter einer Glasglocke Sauerstoffgas einwirken läßt. Mithin ist die dunkle Säure ein Autoxydationsprodukt der Glukuronsäure. Beide Säuren sind in den Kohlen nicht frei vorhanden, liegen vielmehr wasserunlöslich in Form gepaarter Glukuronsäuren vor.

Die Huminketone kondensieren sich mit Phenylhydrazin und Semikarbazidchlorhydrat, sie werden durch schmelzendes Kali unter Bildung von Huminsäuren zersetzt und spalten beim Erhitzen Kohlenoxyd ab.

Der Preußischen Geologischen Landesanstalt sei auch an dieser Stelle für Überlassung der hauptsächlichsten Kohlentypen verbindlich gedankt.

[1] Die Reaktion tritt am besten ein, wenn man die Abscheidung der Säuren nicht mit Natronlauge, sondern mit Ammoniak wie folgt vornimmt: Die feingepulverte Kohle wird mit 1proz. Ammoniak eine Zeitlang im Wasserbade erwärmt, dann dampft man in einer Schale zur Trockne, bis der Ammoniakgeruch völlig verschwunden ist, nimmt mit wenig Wasser auf, filtriert, säuert mit verdünnter Salzsäure an, filtriert nochmals und verwendet das so erhaltene Filtrat.

Siegellackprüfungen[1].

Von R. Nitsche.

Für die Prüfung von Siegellack gab es bisher in Deutschland keine Methoden, welche die verschiedenen Siegellackarten schnell und zuverlässig zu charakterisieren gestatteten. Der Mangel an solchen Methoden wurde in den letzten Jahren immer fühlbarer. Der „Reichsbund Deutscher Papier- und Schreibwarenhändler" regte daher an, Prüfungsverfahren für Stangensiegellack auszuarbeiten, die die Grundlage für eine Normung des Siegellacks bilden sollten.

Es lag nahe, von chemischen Prüfmethoden abzusehen, da diese nicht nur zeitraubend und — gemessen am Wert des Prüfungsgegenstandes — zu teuer wären, sondern auch nur unsichere Anhaltspunkte zur Beurteilung der Lackgüte geben würden. Daher wurden lediglich einfache physikalisch-technologische Prüfungen gewählt, die sich eng an die beim praktischen Gebrauch zu stellenden Forderungen anlehnten. Maßgebend in dieser Hinsicht waren folgende Gesichtspunkte:

1. leichtes Brennen der Siegellackstangen;
2. gute Haftfähigkeit des Siegels auf einer bestimmten Papiersorte;
3. Nichtkleben des Siegellacks am Petschaft;
4. günstige Lage des Fließ- und Tropfpunktes des Siegellacks.

Die Brauchbarkeit dieser Kriterien zur einwandfreien Festlegung der Siegellackgüte wurde an einer großen Zahl von Siegellacken geprüft und bewiesen. An Hand der vom Staatlichen Materialprüfungsamt geschaffenen Unterlagen wurden vom Reichsausschuß für Lieferbedingungen (RAL) drei Sorten Siegellack als Normalsiegellacke festgelegt, und zwar ein hochwertiger „Siegellack Normal I" (roter Brieflack), ein geringwertigerer „Siegellack Normal II" (roter Brieflack) und ein „Siegellack Normal III" (brauner Packlack). Zur Prüfung von Normal I wurden die unter 1, 2, 3 und 4 erwähnten Verfahren herangezogen, während zur Prüfung von Normal II und III die unter 2 und 3 erwähnten Verfahren sich als ausreichend erwiesen. Die Verfahren selbst und die an die

[1] Original: Papier-Ztg. Bd. 53, S. 1090, 1126. 1928.

Digitized by Google

einzelnen Siegellackqualitäten zu stellenden Bedingungen sind in den folgenden „Prüfungsvorschriften" eingehend beschrieben.

Prüfungsvorschriften.

Allgemeines.

Papier. Für die Prüfung der Siegellacke sind ausschließlich zu verwenden:

Für Normal I

1. Schreibpapier[1] Normal 2a nach DIN 827, scharf satiniert und
2. Tauenpapier[1], scharf satiniert, wie es zur Herstellung von Geldbriefumschlägen gebraucht wird.

Für Normal II

1. Schreibpapier Normal 4a[1] nach DIN 827, satiniert und
2. Umschlagpapier Normal 5b[1] (1 m^2 = 110 g) nach DIN 827, maschinenglatt.

Für Normal III

Goudronné-Papier[1].

Die Papiere sind auf der glatten Seite zu siegeln.

Temperatur und Feuchtigkeit des Versuchsraumes. Die Prüfung soll in einem Raum vorgenommen werden, der normale Luftfeuchtigkeit (etwa 65% relative Luftfeuchtigkeit) und normale Temperatur (etwa 18 bis 20° C) besitzt.

Die Papiersorten müssen in dem Versuchsraum mindestens zwei Stunden vor der Versuchsausführung lagern, um die Luftfeuchtigkeit des Raumes anzunehmen. (Zu große Feuchtigkeit oder zu große Trockenheit des Papiers beeinträchtigt stark das Haften des Siegels auf Papier.)

Brennbarkeit (nur für Normal I).

Da die gewöhnlich zum Siegeln benutzten Flammen hinsichtlich Wärmemenge und Temperatur schwanken, ist eine Gasflamme zu benutzen, die aus einem Rohr von 1 mm innerem Durchmesser 20 mm hoch brennt (Zündflamme eines Bunsenbrenners). Der Einfluß, den die Verschiedenheit der von den einzelnen Gasanstalten gelieferten Gasarten verursacht, kann vernachlässigt werden. Der Brenner wird in einem Winkel von 45° aufgestellt. Die Siegellackstange wird an dem zu prüfenden Ende durch Schmelzen abgerundet und horizontal auf 2 Stativträger gelegt. Unter die Stange wird ein Papierbogen horizontal ausgebreitet zum Auffangen des abtropfenden Siegellackes.

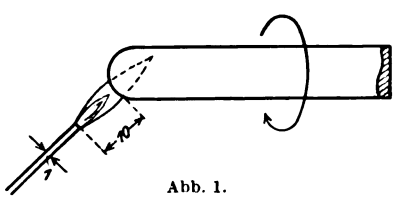


Abb. 1.

Zur Ausführung des Versuchs wird das abgerundete Ende der Siegellackstange der Brennerkante bis auf 10 mm genähert (vgl. Abb. 1). Unter langsamem Drehen um die Längsachse (etwa 5 Umdrehungen in 10 Sek.) wird die Siegellackstange der Flamme 10 Sek. lang ausgesetzt.

Dabei sind zu beobachten

a) Beginn des Brennens } in Sekunden nach Einführung in die Flamme,
b) Beginn des Tropfens }

c) Stärke des Brennens in Stärkegraden 1 bis 3 (1 = schwach, 2 = mittel, 3 = stark brennend). Nach 10 Sek. wird die Flamme entfernt, und es wird notiert:

d) Brenndauer der Stange (nach Entfernen der Flamme) in Sekunden;

Außerdem ist zu beobachten

e) das Verhalten der abgetropften Masse (ungefähre Brenndauer in Sekunden nach dem Abtropfen).

Für jede Versuchsreihe 3 Parallelversuche.

Bedingungen.

a) das Brennen der Siegellackstange hat innerhalb 3 bis 4 Sek. zu erfolgen.

b) Das Tropfen muß innerhalb 6 bis 9 Sek. erfolgen.

Die Zeitdifferenz zwischen Beginn des Tropfens und Beginn des Brennens muß zwischen 5 und 7 Sek. liegen.

c) Der Siegellack muß mittel bis stark brennen (Stärkegrad 2 bis 3).

d) Nach Entfernen der Flamme muß der Siegellack einige Sekunden weiterbrennen.

e) Die abtropfende Masse muß brennend auf das Papier gelangen und einige Sekunden weiterbrennen.

Nichtkleben am Petschaft.

Für den Versuch dient ein Messingpetschaft mit möglichst großer Metallmasse, um eine gleichmäßige Temperatur des Petschaftes während des Versuches zu gewährleisten. Es werden zwei Versuchsreihen durchgeführt:

1. mit einem auf 20°,
2. mit einem auf 40° erwärmten Petschaft.

Zur Prüfung von Normal I muß das Petschaft trocken sein; bei der Prüfung von Normal II und III wird es vorher durch Anhauchen befeuchtet.

Die Erwärmung wird durch Einstellen des Petschaftes in eine Schale, die mit Wasser der vorgeschriebenen Temperatur gefüllt ist, bewirkt. Die zu prüfende Siegellackstange wird in der Flamme eines um 45° geneigten Bunsenbrenners erhitzt; die Flamme der abtropfenden brennenden Masse wird sofort nach Auftreffen auf dem Papier ausgeblasen, um Anbrennen des Papieres und eine Veränderung der Siegellackmasse zu verhüten. Sofort nach Auftragen des Siegellackes auf Papier wird mit dem im Wasserbad auf die vorgeschriebene Temperatur erwärmten und von Wassertropfen befreiten Petschaft gesiegelt. Das Petschaft bleibt 10 Sek. auf der Masse; alsdann wird versucht, es vom Siegel abzuheben. Die Beurteilung geschieht nach folgenden Gütestufen:

0 = Petschaft klebt nicht,
1 = Petschaft klebt schwach; nach leichtem Anheben löst es sich vom Siegel,
2 = Petschaft klebt mäßig; nach schwacher Belastung des gesiegelten Papieres läßt sich das Petschaft abheben,

[1] Diese Papiere wurden gemeinsam mit dem Reichsausschuß für Lieferbedingungen (RAL), Erzeuger-, Händler- und Verbraucherkreisen gewählt; Muster der Papiere sind in der Geschäftsstelle des RAL, Berlin NW 6, niedergelegt.

Digitized by Google

3 = Petschaft klebt stark; ein Abheben des Petschaftes ist erst nach starker Belastung des Papieres möglich,

4 = Petschaft klebt sehr stark; ein Abheben des Petschaftes ist nur unter Zerstörung des Siegels möglich.

Für jede Versuchsreihe 3 Parallelversuche.

Bedingungen für Normal I, II und III:

1. Bei Ausführung des Versuches bei 20° darf das Petschaft nicht oder höchstens schwach kleben (Gütestufe 0 bis 1).

2. Bei Ausführung des Versuches bei 40° darf das Petschaft höchstens mäßig kleben (Gütestufe 0 bis 2).

Haftfähigkeit auf Papier.

Von der zu prüfenden Siegellackstange sind rund 1 ccm zu entnehmen. Diese Menge wird in einem kleinen Tiegel über kleiner Flamme geschmolzen und unter stetem Umrühren mit einem Stabthermometer bis auf 100° über den vorher ermittelten Tropfpunkt erhitzt. Etwa ein Drittel der geschmolzenen Masse wird darauf sofort auf einen völlig planliegenden Bogen Papier möglichst so gegossen, daß ein kreisrundes Gußstück entsteht. Sofort nach dem Guß wird die noch weiche Masse mit einem petschaftähnlichen Messingblock breitgedrückt. Der Messingblock ist ein zylindrischer Körper von 35 mm Durchmesser, dessen eine zum Siegeln dienende ebene Fläche einen 0,5 mm hohen und 2,5 mm breiten Rand (vgl. Abb. 2) besitzt.

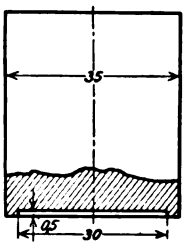


Abb. 2.

Die auf diese Weise hergestellten Siegel, die bei richtiger Ausführung eine gleichmäßige Stärke von 0,5 mm und einen Durchmesser von 30 mm besitzen sollen, werden nach völligem Abkühlen um einen Dorn von 4 cm Durchmesser gebogen.

Die Beurteilung wird nach folgenden Gütestufen vorgenommen:

1 = sehr gut haftend; alle Bruchstücke des Siegels lassen sich nach der Dornbiegeprobe nur unter weitgehender Zerstörung des Papieres ablösen.

2 = gut haftend; alle Bruchstücke lassen sich nach der Dornbiegeprobe nur unter Verletzung der Papieroberfläche ablösen.

3 = schwach haftend; nach der Dornbiegeprobe lassen sich einzelne Bruchstücke des Siegels ohne deutliche Verletzung der Papieroberfläche abheben.

4 = kaum noch haftend; bei der Dornbiegeprobe läßt sich das ganze Siegel leicht vom Papier abheben; die Papieroberfläche ist nicht sichtlich angegriffen.

Für jede Papiersorte 3 Parallelversuche.

Bedingungen. Für Normal I:

Alle Siegel müssen „sehr gut" haften (Gütestufe 1).

Für Normal II:

Alle Siegel müssen mindestens „schwach" haften (Gütestufe 1 bis 3).

Fließ- und Tropfpunkt (nur für Normal I).

Zur Bestimmung des Fließ- und Tropfpunktes ist der Apparat nach Ubbelohde zu benutzen, wie er bei der Untersuchung von Fetten gebraucht wird (vgl. Abb. 3). Er besteht aus der Glashülse *a*, der Metallhülse *b* und dem Thermometer *c*. Erwärmt wird der Apparat in einem als Luftbad dienenden Reagenzglase *d*, das seinerseits durch ein Ölbad *e* erwärmt wird.

Beschickung der Glashülse *a* mit Siegellackmasse und sonstige Arbeitsweise stimmen mit der bei der Untersuchung von Fetten üblichen im wesentlichen überein (vgl. z. B. D. Holde, Die Untersuchung der Kohlenwasserstofföle und Fette. 6. Aufl. 1924. S. 42).

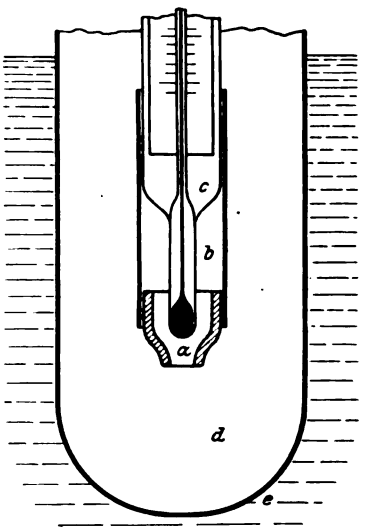


Abb. 3.

Als „Fließpunkt" wird die Temperatur bezeichnet, bei welcher die Masse sich aus der unteren Öffnung von *a* hervorwölbt; „Tropfpunkt" ist diejenige Temperatur, bei welcher die Masse abtropft.

2 Parallelversuche.

Bedingungen. Der Fließpunkt soll zwischen 65° und 80° liegen, der Tropfpunkt oberhalb 80°. Die Differenz zwischen Tropf- und Fließpunkt soll größer sein als 10°, aber kleiner als 25°.

Weitere Vorschriften. Beim Siegeln dürfen keine unangenehmen Gerüche oder gesundheitsschädliche Dämpfe auftreten.

Der Siegellack darf nach Verreiben des Siegels keine Fäden ziehen.

Die feinsten Gravierungen des Petschaftes müssen ausgeprägt erscheinen.

Die Siegel dürfen nicht fleckig oder farbig durch das Papier schlagen.

An Hand der beschriebenen Prüfungsvorschriften und Bedingungen wurde eine „einfache Prüfungsvorschrift" ausgearbeitet, die mit einfachsten Mitteln Erzeugern, Händlern und Verbrauchern gestattet, die Qualität eines Siegellackes schnell annähernd zu bestimmen.

Diese einfache Prüfungsvorschrift, die dem Reichsausschuß für Lieferbedingungen (RAL) überlassen wurde, wurde vom RAL im Juli 1928 als „DIN-RAL 932 1, Siegellack, Lieferbedingungen und Prüfverfahren" herausgegeben.

Digitized by Google

Mitteilungen der deutschen Materialprüfungsanstalten

Sonderheft VII:

Arbeiten aus dem **Staatlichen Materialprüfungsamt** zu Berlin-Dahlem

Inhalt

Burchartz, H. Die geschichtliche Entwicklung der Zementprüfung nach den Normen.
Burchartz, H. Ergebnisse der Prüfung hochwertiger Portlandzemente nach den Normen.
Gonell, H. W. Tonerdezement.
Gonell, H. W. Über die Ursache der Abbindestörungen bei Tonerdezement.
Burchartz, H. Versuche mit Hochofenzement.
Gonell, H. W. Über die Erkennung von Hochofenschlacke in Zementen.
Rodt, V. Wasseraufnahme von Portlandzement bei Luftlagerung.
Burchartz, H. Kann Traß durch anderes Steinmehl ersetzt werden?
Burchartz, H. Der Einfluß des Zusatzes von Gesteins- und Tonmehl auf die Erhärtung bzw. Festigkeit von Zement- und Kalkmörtel.
Burchartz, H. Dichtigkeit und Festigkeit von Kiesbeton im Vergleich zu Kiessplittbeton.
Rodt, V. Beitrag zur Feststellung der mechanischen Zusammensetzung von Mörtel und Beton. Mischungsverhältnis von Bindemittel zum Zuschlagstoff.
Burchartz, H. Vergleich der Würfelfestigkeit von Beton mit der Druckfestigkeit des Betons im Bauwerk.
Burchartz, H. Etwas über Mörtelsande.
Gonell, H. W. Beitrag zur Frage der Beeinflussung des Abbindens und Erhärtens von Portlandzement durch Zusätze zum Anmachewasser, insbesondere durch Zuckerlösung. (Vorläufige Mitteilung.)
Burchartz, H. Versuche über den Einfluß von Kalischachtlauge auf das Abbinden und Erhärten von Zement.
Rodt, V. Die Einwirkung von Schwefelwasserstoff auf Kalkmörtel, Zementmörtel und Beton.
Burchartz, H. Kalkpulver als Ersatz für Kalkteig in der Traßnormenmischung.
Rodt, V. Beitrag zur Bestimmung und Auswertung der Kohlensäure im Wasser. (Eine kritische Studie.)
Burchartz, H. Das Verfahren zur Prüfung von Mauersteinen auf Druckfestigkeit.
Burchartz, H. Die Ursachen des Rissigwerdens von Steinholzfußbodenbelag.
Burchartz, H. und G. Saenger. Versuche mit Hochofenstückschlacke als Gleisbettungsstoff.
Saenger, G. Vergleichsversuche mit Loch- und Maschensieben.
Burchartz, H. Versuche zur Bestimmung der Mahlfeinheit von Kohlenstaub.
Gonell, H. W. Ein Windsichtverfahren zur Bestimmung der Kornzusammensetzung staubförmiger Stoffe.
Gonell, H. W. Zur Frage der Ausscheidung der Asche aus Kohlenstaub.

Mit 113 Abbildungen

Berlin
Verlag von Julius Springer
1929

Mitt. dtsch. Mat.prüfgsanst.

Preis RM 19.—

Digitized by Google

Digitized by Google

Mitteilungen der deutschen Materialprüfungsanstalten

Sonderheft VII:

Arbeiten aus dem **Staatlichen Materialprüfungsamt** zu Berlin-Dahlem

Inhalt

		Seite
Burchartz, H.	Die geschichtliche Entwicklung der Zementprüfung nach den Normen	3
Burchartz, H.	Ergebnisse der Prüfung hochwertiger Portlandzemente nach den Normen	10
Gonell, H. W.	Tonerdezement	14
Gonell, H. W.	Über die Ursache der Abbindestörungen bei Tonerdezement	18
Burchartz, H.	Versuche mit Hochofenzement	19
Gonell, H. W.	Über die Erkennung von Hochofenschlacke in Zementen	24
Rodt, V.	Wasseraufnahme von Portlandzement bei Luftlagerung	29
Burchartz, H.	Kann Traß durch anderes Steinmehl ersetzt werden?	32
Burchartz, H.	Der Einfluß des Zusatzes von Gesteins- und Tonmehl auf die Erhärtung bzw. Festigkeit von Zement- und Kalkmörtel	38
Burchartz, H.	Dichtigkeit und Festigkeit von Kiesbeton im Vergleich zu Kiessplittbeton	41
Rodt, V.	Beitrag zur Feststellung der mechanischen Zusammensetzung von Mörtel und Beton. Mischungsverhältnis von Bindemittel zum Zuschlagstoff	44
Burchartz, H.	Vergleich der Würfelfestigkeit von Beton zu der Druckfestigkeit des Betons im Bauwerk	47
Burchartz, H.	Etwas über Mörtelsande	54
Gonell, H. W.	Beitrag zur Frage der Beeinflussung des Abbindens und Erhärtens von Portlandzement durch Zusätze zum Anmachewasser, insbesondere durch Zuckerlösung. (Vorläufige Mitteilung.)	58
Burchartz, H.	Versuche über den Einfluß von Kalischachtlauge auf das Abbinden und Erhärten von Zement	65
Rodt, V.	Die Einwirkung von Schwefelwasserstoff auf Kalkmörtel, Zementmörtel und Beton	71
Burchartz, H.	Kalkpulver als Ersatz für Kalkteig in der Traßnormenmischung	73
Rodt, V.	Beitrag zur Bestimmung und Auswertung der Kohlensäure im Wasser. (Eine kritische Studie.)	79
Burchartz, H.	Das Verfahren zur Prüfung von Mauersteinen auf Druckfestigkeit	87
Burchartz, H.	Die Ursachen des Rissigwerdens von Steinholzfußbodenbelag	92
Burchartz, H., und G. Saenger.	Versuche mit Hochofenstückschlacke als Gleisbettungsstoff	95
Saenger, G.	Vergleichsversuche mit Loch- und Maschensieben	105
Burchartz, H.	Versuche zur Bestimmung der Mahlfeinheit von Kohlenstaub	108
Gonell, H. W.	Ein Windsichtverfahren zur Bestimmung der Kornzusammensetzung staubförmiger Stoffe	114
Gonell, H. W.	Zur Frage der Ausscheidung der Asche aus Kohlenstaub	122

Mit 113 Abbildungen

Berlin

Verlag von Julius Springer

1929

Digitized by Google

Digitized by Google

Die geschichtliche Entwicklung der Zementprüfung nach den Normen.

Von **H. Burchartz**[1].

Vortrag bei der Feier des 50jährigen Jubiläums des Vereins Deutscher Portlandzementfabrikanten[2].

Meine Herren! Man nehme nur die neuesten Publikationen auf dem Gebiete der Materialprüfung vor und man wird erkennen, daß wir gerade im Uranfang der Festigkeitsbestimmung der Baumaterialien — abgesehen von den Metallen — sind; und dennoch ist die Sache gar so schwierig nicht; „es ist eben einfach nichts getan für die Entwicklung, und bis vor wenigen Jahren gab es nicht einmal eine Stelle in unserem Staat, wo derartige Versuche angestellt werden konnten." So schrieb im Jahre 1877 der damalige Führer in der Zementwissenschaft Michaelis in seiner Veröffentlichung „Zur Beurteilung des Zementes". Diese Worte kennzeichnen anschaulich den damaligen Stand der Baustoffprüfung im allgemeinen und den der Zementforschung im besonderen, nachdem bereits 50 Jahre seit der Erfindung des Portlandzementes verflossen waren. Zwar hatte sich schon frühzeitig das Bedürfnis herausgestellt, das Wesen des Portlandzementes zu ergründen und seine Eigenschaften zu erkennen, und man war, um Güte, Wertstellung und Brauchbarkeit der verschiedenen Erzeugnisse beurteilen zu können, bemüht gewesen, Verfahren zur Ermittelung der Eigenschaften des Portlandzementes auszubilden; indessen waren die Verfahren jener Zeit noch recht primitiv.

So versuchte man z. B. die Festigkeit des Portlandzementes anfänglich durch Biegeversuche zu bestimmen, wie sie schon vorher bei Kalkmörtel angewandt worden waren. Über die Ergebnisse solcher Biegeversuche mit Mörteln berichtet bereits im Jahre 1772 der schwedische Bergrat Bengt Quist in den Abhandlungen der schwedischen Akademie der Wissenschaften. Auch spätere Forscher, wie Cessart und Treussart, welch letzterer die Straßburger Festungsbauten 1816 bis 1825 leitete, benutzten die Biegeprobe, und zwar unter Anwendung unmittelbarer Gewichtsbelastung (Abb. 1).

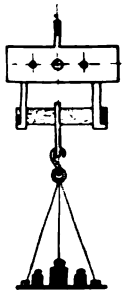


Abb. 1. Biegeprobe mit direkter Gewichtsbelastung.

Andere Verfahren gründeten sich auf die Überlegung, die Güte der Zemente an der Haftfestigkeit zu bemessen. So kittete der Engländer Tacley 1836 zwei Mauerziegel mit Mörtel zusammen und bestimmte die Kraft, die erforderlich war, um die Steine voneinander zu reißen. Ein zweites Verfahren von ihm bestand darin, daß an eine Ziegelwand zunächst ein Mauerziegel flachseitig mit reinem Zement angemauert, dann nach Erhärten der Fuge auf den ersten Stein ein zweiter, auf diesen ein dritter angesetzt und auf diese Weise die Steinreihe so weit fortgesetzt wurde, bis sie unter ihrem Eigengewicht abbrach.

Auch in Deutschland hat dieses Verfahren damals trotz seiner Umständlichkeit oft Anwendung gefunden.

Obgleich man schon ebenso früh erkannte, daß die innere Kitt- oder Bindekraft die eigentlich ausschlaggebende Eigenschaft, nämlich eine Vereinigung aller wertvollen Eigenschaften der Zemente sei und daß sich Zement am sichersten mit Hilfe von Bindekraft-, d. h. Festigkeitsprüfungen beurteilen lasse, sind Verfahren zur Bestimmung dieser Eigenschaft erst verhältnismäßig spät zur Anwendung gekommen, weil es zu jener Zeit noch an geeigneten Zug- und Druckfestigkeitsprüfmaschinen fehlte.

Den ersten Druckversuchen an Zement, und zwar unter Benutzung hydraulischer Pressen, begegnet man in England Ende der vierziger Jahre des vorigen Jahrhunderts; mit Mörtel aus Wasserkalk hatte bereits im Jahre 1836 der bayerische Ingenieur Panzer Zug- und Druckversuche ausgeführt, indem er sich für die Druckprüfung eines einfachen Hebels mit 20facher Übersetzung bediente und für den Zugversuch einen in der Mitte eingeschnürten, zwischen Klammern befestigten und durch Gewicht direkt belasteten Zylinder benutzte.

Der Mangel an hinreichend zuverlässig arbeitenden und wohlfeilen Druckfestigkeitsprobiermaschinen war wohl der Grund, weshalb sich diese Prüfart nicht einbürgerte. Man entschied sich daher allgemein zur praktischen Prüfung für die Bestimmung der Zugfestigkeit, weil diese an einfachen, genau arbeitenden und außerdem preiswerten Apparaten vorgenommen werden konnte.

Von besonderem Interesse in dieser Beziehung sind die umfassenden und planmäßigen Zugversuche, die der Engländer Grant mit verschieden gestalteten Zugkörpern durchgeführt hat (Abb. 2). Zunächst verwendet Grant für seine Versuche bis zum Jahre 1865 Probekörper nach Form *a* und später, da sich die scharfen Kanten dieses Körpers und der plötzliche Übergang vom engen zum erweiterten Querschnitt als unzweckmäßig erwiesen, Körper nach Form *b* mit abgerundeten inneren Kanten.

Die Körper nach Form *c*, die die gleiche Anordnung zeigten wie die unter *a* und *b*, nur mit dem Unterschiede, daß alle Kanten auch an den Enden abgerundet waren,

[1] Original: Tonindustrie-Zg. Bd. 51, Nr. 102, S. 1845—47, Nr. 103, S. 1862—64. 1927.

[2] Vgl. Vorbericht in Nr. 75 der Tonindustrie-Zeitung, S. 1365.

Digitized by Google

und diejenigen nach Form *d* bis *i*, die den Übergang zu den keilförmigen Körpern bilden, erwiesen sich als ungeeignet, weil sie in der Einspannung rutschten und

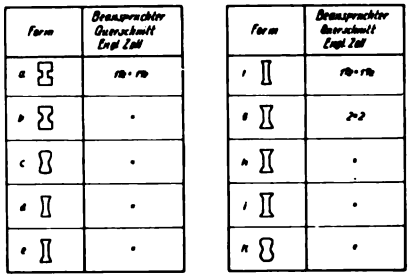


Abb. 2. Zugkörper nach Grant.

hierdurch ein vorzeitiger Bruch bewirkt wurde. Körper nach Form *k* zeigten den Übelstand, daß sie infolge Verdrehung der Einspannung und ungleichmäßiger Beanspruchung des Querschnittes der Körper nicht im kleinsten Querschnitt rissen. Grant versah anfänglich die Probekörper nach Form *b* mit Löchern zum Einspannen (Abb. 3), um auf diese Weise jede Verrückung des Körpers aus der Zugrichtung zu vermeiden, gab jedoch bald diese Anordnung auf, weil die Körper oft von den Löchern aus brachen. In Form *k* sehen Sie auf den ersten Blick die Vorläuferin für die deutsche Normalzugform; sie ist daraus nach entsprechender Änderung durch Michaelis und den schwedischen Ingenieur Fahnehjelm hervorgegangen, der die Form mit der runden Kehlung in der Mitte versah.

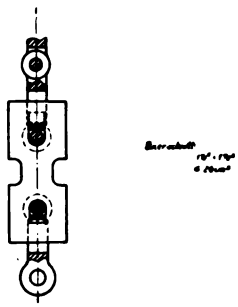


Abb. 3. Probekörper nach Grant.

Michaelis wollte hierdurch sowohl ein genaues Angreifen der Zugkraft wie auch ein richtiges Sicheinstellen des Körpers erreichen. Später ist die noch vorhandene scharfe Kehlung durch eine runde ersetzt worden, und damit entstand der noch heute in Deutschland und auch in anderen Ländern gebräuchliche Normalzugprobekörper. Zur Bestimmung der Zugfestigkeit wurden anfänglich die Probekörper in Klammern eingespannt und durch direkte Gewichtsbelastung zerrissen. Die erste Zerreißvorrichtung mit Hebelübersetzung wurde in Deutschland von Schwarz um 1867 gebaut. Sie war jedoch noch recht kompliziert. Ein einfacherer Hebelapparat wurde im gleichen Jahre von Michaelis konstruiert, und zwar zunächst ein Apparat mit einfacher Hebelübersetzung, wobei die Belastung entweder durch Sand oder Wasser erfolgte, und später ein solcher mit Doppelhebeln, bei dem die Belastung mit Hilfe des bekannten Schrotzulaufapparates bewirkt wurde (Abb. 4). Obgleich man damals bereits erkannt hatte, daß die Prüfung auf Druckfestigkeit die richtigere sei, weil diese Eigenschaft bei den Bauwerken in erster Linie in Anspruch genommen wird, beschränkte man sich im allgemeinen auf den Zugversuch. Immerhin wurden an öffentlichen Prüfungsanstalten und Laboratorien, die sich mit eingehenden Untersuchungen befaßten, Druckprüfungen durchgeführt. In der im Jahre 1875 gegründeten königlichen Prüfungsstation, der Vorgängerin der jetzigen Abteilung für Baugewerbe im staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem, stand für diesen Zweck neben einer hydraulischen Presse mit 150 t

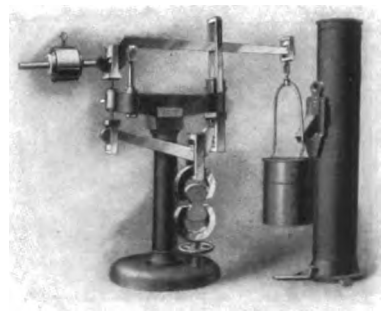


Abb. 4. Normalzugprüfer. Bauart Frühling-Michaelis.

Kraftleistung eine Hebelpresse, Bauart Schickert (Abb. 5), zur Verfügung.

Natürlich erkannten die beteiligten Kreise bald, daß das Bindevermögen, so wichtig es auch ist, nicht allein die Zementerzeugnisse zu beurteilen erlaubte, sondern daß es auch auf die Mahlfeinheit, Abbindezeit und vor allem auf die Raumbeständigkeit ankam, und so bemühte man sich, auch zur Bestimmung dieser Eigenschaften geeignete Verfahren ausfindig zu machen.

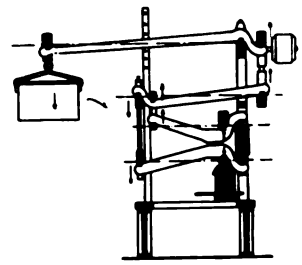


Abb. 5. Hebelpresse. Bauart Schickert.

So kamen zur Einführung das Siebverfahren zur Bestimmung der Mahlfeinheit, die Nagelprobe zur Ermittelung der Abbindezeit und die Kuchenprobe für die Raumbeständigkeitsprüfung, letztere, nachdem man die bekannte Reagensglasprobe als unzuverlässig verworfen hatte.

So war der Stand der Materialprüfung des Portlandzementes, als im Jahre 1875 die Lüneburger Zementfabrik, dem allgemein sich fühlbar machenden Bedürfnis nach Schaffung einheitlicher Grundlagen für die Bewertung der Zemente Rechnung tragend, in der 11. Generalversammlung des Vereins für Fabrikation von Ziegeln, Tonwaren, Kalk und Zement beantragte, „einen Modus festzustellen, nach welchem die Zemente auf absolute und relative Festigkeit zu prüfen seien". Nach einer lebhaften Aussprache, in der in großen Zügen die Richtlinien für einen solchen „Modus" festgelegt wurden, erhielt Michaelis den Auftrag, „über den Modus der Festigkeitsbestimmung und im Anschluß daran über die Methode der allgemeinen Wertermittelung des Portlandzementes Regeln und Motive aufzustellen, um dann nach eingehender Prüfung aller Interessenten, insbesondere auch der Architekten und Ingenieure, Normalbestimmungen zu vereinbaren über die Prüfung und Beurteilung des Zementes." — In diesem Beschluß können wir den ersten Schritt zu der Aufstellung der Normen für einheitliche Lieferung und Prüfung von Portlandzement erblicken.

Michaelis löst die Aufgabe durch Aufstellung von 17 Thesen, die er in der Arbeit „Zur Beurteilung des

Digitized by Google

Zementes“ unter ausführlicher Begründung niederlegte. Im Anschluß an die Beratung dieser Thesen in der 12. Generalversammlung des vorher genannten Vereins im Jahre 1876 wurde ein Ausschuß gewählt, bestehend aus Dr. Michaelis, 7 Fabrikanten und 7 Vertretern des Berliner Architektenvereins und Berliner Baumarktes. Der Ausschuß erhielt den Auftrag, einheitliche Bestimmungen für die Lieferung und Prüfung von Portlandzement auszuarbeiten. Die Beschlüsse dieses Ausschusses wurden, nachdem die auftraggebenden Vereine ihr Einverständnis dazu erklärt hatten, in jener denkwürdigen Sitzung der Zementfabrikanten im Jahre 1877, in der der Verein Deutscher Zementfabrikanten gegründet wurde, zur Beratung vorgelegt und nach eingehender lebhafter Aussprache mit 20 gegen 3 Stimmen angenommen.

Die wesentlichen Streitpunkte der Aussprache waren die Fragen, ob für die Festigkeitsprüfung reiner Zement oder Zement-Sandmörtel anzuwenden sei, ferner die der Erhärtungsdauer der Probekörper und die der zu fordernden Mindestzugfestigkeit. In diesem Streit der Meinungen traten Michaelis und seine Anhänger Toepfer, von Prondzynski und Prüssing für die Prüfung des reinen Zementes, für die 7-Tage-Probe und 25 kg/cm² Mindestzugfestigkeit ein, während 20 Zementfabriken unter Führung des um die Zementforschung hochverdienten Rudolf Dyckerhoff sich für den Versuch mit Mörtel 1:3 und für die 28-Tage-Probe einsetzten, unter Hinweis auf die Arbeiten von Lindley beim Frankfurter Kanalbau, die ausgedehnten Versuche von Colson bei den Porthmouth Extension Works, sowie die Untersuchungen von Böhme und Bauschinger.

Die in der Ausschußsitzung aufgestellten „Normen für die einheitliche Lieferung und Prüfung von Portlandzement“ wurden einer von dem Kgl. Preußischen Minister für Handel, Gewerbe und öffentliche Arbeiten eingesetzten Kommission zur Begutachtung vorgelegt. Nachdem diese Normen durch die Kommission nach eingehenden Verhandlungen in einigen Punkten geändert worden waren — so wurde z. B. die im Ausschußentwurf auf 8 kg/cm² festgesetzte Mindestzugfestigkeit auf 10 kg/cm² erhöht und der zulässige Rückstand auf dem 900-Maschensieb von 25 auf 20% herabgesetzt — wurden mit Erlaß des Ministeriums für Handel, Gewerbe und öffentliche Arbeiten vom 10. November 1878 die revidierten Normen anerkannt und deren Anwendung bei Lieferungen bei Staatsbauten verfügt. In Verfolg eines späteren Antrages des Vereins Deutscher Zementfabrikanten wurde durch Erlaß des Kgl. Preußischen Ministeriums der öffentlichen Arbeiten vom 16. August 1880 zur Entscheidung in Streitfällen die Kgl. Prüfungsstation für Baumaterialien zu Berlin als technisch entscheidende Instanz eingesetzt. Die Normen sahen bereits außer der chemischen Zusammensetzung und der Druckfestigkeit des Normenmörtels die gleichen Eigenschaften vor wie die jetzigen: nämlich Abbindezeit, Raumbeständigkeit, Mahlfeinheit und Bindekraft. Sie enthielten ihrem Namen entsprechend nicht nur die für die Lieferung maßgebenden Sollwerte für die einzelnen Eigenschaften, sondern auch Prüfvorschriften zu deren einheitlicher Ermittelung, so daß man zu vergleichbaren und damit praktisch verwendbaren Ergebnissen gelangte. Schon damals aber war man sich bewußt, daß die neuen Normen durchaus nicht etwas Abgeschlossenes und Unveränderliches waren, sondern mit zunehmender Kenntnis der Materialeigenschaften des Zementes und der fortschreitenden Entwicklung der Zementtechnik sich fortbilden müßten. Diesem Gedanken gab der weitblickende erste Vorsitzende des Vereins der Zementfabrikanten Dr. Delbrück in jener Sitzung, in der über die Thesen von Michaelis beraten wurde, Ausdruck wie folgt: „Die Zementprüfung wird zwar mit unseren heutigen Beschlüssen in das Leben treten, ist jedoch damit durchaus noch nicht abgeschlossen. Methoden wie Apparate werden sich ausbilden, und weitere Beratungen darüber werden gewiß schon in kurzem nötig sein.“

Wie zutreffend diese vorausschauenden Worte waren, beweist die Entwicklung, die die Zementprüfung in den 50 Jahren, auf die wir heute zurückblicken, genommen hat, was schon aus der Tatsache hervorgeht, daß die Normen eine wiederholte Neuregelung erfahren haben, und zwar erstmalig im Jahre 1887, dann im Jahre 1909.

Wenn auch vielen von Ihnen diese Entwicklung bekannt sein mag, so wage ich es dennoch, ein Bild dieser Entwicklung an Hand der Überlieferung zu geben. Betrachten wir zu diesem Zweck den Werdegang der Verfahren zur Bestimmung der Materialeigenschaften des Portlandzementes, soweit sie Gegenstand der Normung sind, und beginnen wir mit der wichtigsten Eigenschaft, der Raumbeständigkeit.

Als entscheidende Probe für die Raumbeständigkeit galt nach den Normen die Kuchenprobe. Da diese eine längere Beobachtungszeit erfordert und zu Irrtümern insofern Anlaß gab, als Schwindrisse, die leicht infolge ungeschickten Anmachens und Aufbewahrung der Kuchen entstehen, von Unkundigen für Treibrisse gehalten werden, war man bestrebt, neben der Kuchenprobe eine andere Prüfung einzuführen, die eine kürzere Beobachtungszeit gestattete und doch zu zuverlässigen Ergebnissen führte. Als solche sogenannten beschleunigten Raumbeständigkeitsproben waren im Laufe der Zeit von verschiedenen Forschern folgende in Vorschlag gebracht:

1. Die Kochprobe nach Michaelis.
2. Die Kugelglühprobe nach Heintzel.
3. Die Darrprobe.
4. Die Hochdruckdampfprobe nach Erdmenger.
5. Die Heißwasserprobe nach Maclay.
6. Die kombinierte Dampfdarrprobe nach Tetmajer.
7. Die Warmwasserprobe ebenfalls nach Tetmajer.
8. Die Kuchenpreßprobe nach Prüssing.

Wenngleich der Verein Deutscher Portlandzementfabrikanten in seiner Sitzung vom Februar 1891 sich dahin geäußert hatte, daß die Normenraumbeständigkeitsprobe bei sorgfältiger Ausführung hinreichend scharf und völlig genügend für praktische Zwecke sei, die bis dahin bekannten beschleunigten Proben dagegen zum Erkennen der Nichtraumbeständigkeit des Portlandzementes nicht geeignet seien, dem Konsumenten ein sicheres Urteil über den Zement zu gestatten, weil

Digitized by Google

es vorkomme, daß Portlandzemente, die die beschleunigten Proben nicht bestehen, sich bei der Verwendung als durchaus raumbeständig erwiesen, stellten demgegenüber Tetmajer, Bauschinger, Michaelis und Prüssing die Behauptung auf, daß die Normenprobe zur Beurteilung eines Zementes ungenügend sei, besonders dann, wenn der Zement bei der praktischen Verwendung an der Luft erhärten soll.

Aus Anlaß dieses Streites und zur Klärung der Frage, ob die Normenprobe auf Raumbeständigkeit ein richtiges Urteil über das Verhalten eines Zementes bei der Verwendung gestatte, oder ob dies eine der abgekürzten Proben in zuverlässiger Weise tue, wurden unter Leitung einer von dem Verein eingesetzten Kommission auf Grund eines gemeinschaftlich mit der Kgl. mechanisch-technischen Versuchsanstalt Charlottenburg aufgestellten Arbeitsplanes von dieser umfangreiche Versuche mit 10 Handelszementen ausgeführt. Die Untersuchungen erstreckten sich auf die damals bekannten Raumbeständigkeitsproben in Verbindung mit Längenmessungen mittels des Bauschinger Tasterapparates und der Beobachtung von aus den Versuchszementen durch die Firma Dyckerhoff & Widmann in Amöneburg hergestellten Ornamentstücken bei Lagerung im Freien. Das Ergebnis dieser Versuche faßt Gary in seinem Bericht hierüber dahin zusammen, daß keine der sogenannten beschleunigten Raumbeständigkeitsproben geeignet ist, ein in allen Fällen zuverlässiges und schnelles Urteil über die Verwendbarkeit eines Zementes in der Praxis zu gestatten, und daß alle 10 Zemente, die die Kuchenprobe nach den Normen bestanden hatten, auch bei der Verwendung zu Zementwaren im Sinne der Praxis raumbeständig sind und daß schließlich die Behauptung, die Normenprobe sei zur Beurteilung eines Zementes ungenügend, besonders dann, wenn der Zement bei der praktischen Verwendung an der Luft erhärten soll, durch die Versuche keine Bestätigung erfahren hat. Hiernach war, solange es nicht gelang, eine Raumbeständigkeitsprobe aufzufinden, die die Prüfung in kürzerer Zeit als die Normenprobe und dabei zuverlässiger gestattet, die Normenkuchenprobe als die entscheidende beizubehalten. Dies ist bekanntlich bis zum heutigen Tage so geblieben, wenn sich auch, namentlich infolge staatlicher Lieferungsbedingungen, die Gepflogenheit herausgebildet hat, zur größeren Sicherheit neben der Normenprobe auch beschleunigte Prüfungen, und zwar meist die Kochprobe auszuführen. Man wird sie oder einige von ihnen auch sicherlich mit Vorteil für die laufende Kontrolle der Erzeugnisse in der Fabrik, bei der Prüfung solcher Zemente, die für bestimmte Zwecke besonders raumbeständig sein müssen, z. B. fein gegliederte Kunststeine, verwenden.

Ähnliche Wandlungen wie das Prüfverfahren für die Raumbeständigkeit hat auch das für die Bestimmung der Abbindezeit durchgemacht. In die ersten Normen war hierfür die bekannte Fingernagelprobe übernommen. Es ergab sich jedoch bald, daß diese Prüfart keine zuverlässigen und übereinstimmenden Ergebnisse zeitigte, vor allem deshalb, weil die Beurteilung des Zeitpunktes für den Eintritt eines merklichen Eindruckes zu sehr von dem subjektiven Empfinden des Beobachters abhing. Man wandte daher, nachdem Tetmajer im Jahre 1883 seine Versuche mit der Vicatschen Nadel veröffentlicht und deren Anwendung empfohlen hatte, dieses Verfahren zur Ermittelung der Abbindeverhältnisse an und nahm es in die revidierten Normen vom Jahre 1887 als maßgebende Probe auf (Abb. 6). Die Erfahrung lehrte aber, daß auch dies Prüfverfahren nicht völlig zuverlässig war und selbst bei gewissenhaftester Ausführung nicht immer vergleichbare Ergebnisse lieferte, so daß schon im Jahre 1901 Gary gelegentlich eines auf der Wanderversammlung des internationalen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik zu Budapest gehaltenen Vortrages auf die Mängel des Verfahrens und die daraus sich unter Umständen ergebenden schweren Schädigungen für Erzeuger und Verbraucher hinwies. Zur Auffindung eines brauchbaren zuverlässigen Verfahrens wurde seinerzeit vom Verein der Portlandzementfabrikanten eine Kommission eingesetzt. Die gemeinschaftlich von dieser Kommission mit der Versuchsanstalt in Charlottenburg gepflogenen Beratungen brachten Gary auf den Gedanken, den Verlauf des Abbindevorganges durch selbsttätige Messung der Wärmeentwicklung im Zementbrei festzustellen, und er baute zu diesem Zweck den bekannten Thermographen, den Sie nebst einer damit aufgenommenen Wärmekurve in Abb. 7 dargestellt sehen. Der Umstand jedoch, daß die mit diesem Apparat ermittelten Abbindezeiten nicht immer mit den nach dem Vicatverfahren gefundenen übereinstimmten und auch die Handhabung der Einrichtung schwierig war, war seiner allgemeinen Einführung hinderlich.

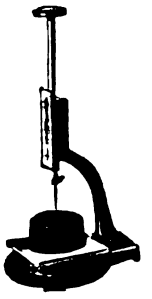


Abb. 6. Nadelapparat, Bauart Vicat.

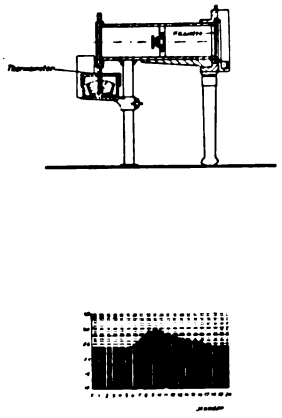


Abb. 7. Thermograph nach Bauart Gary zur Bestimmung der Abbindezeit.

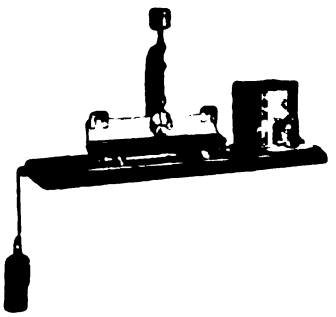


Abb. 8. Abbindeprüfer. Bauart Goodmann.

Neben dem Garyschen Apprat tauchten fast zur selben Zeit noch andere Abbindeapparate auf, und zwar die der Bauart Terin, Tetmajer-Amsler und Goodmann (Abb. 8). Alle diese Apparate zeichneten den Abbindeverlauf selbsttätig auf. Eine nähere Beschreibung der Apparate darf ich mir wohl ersparen, zumal da sie keinen Eingang in die Zementprüfung gefunden haben; denn sie konnten, wie vergleichende Versuche ergaben, nicht mit der Vicatnadel in Übereinstimmung gebracht werden. Ohne daß ein gesetzmäßiges Verhalten erkennbar wäre, weichen die drei Apparate stark voneinander ab. Ihr Nichtbewähren veranlaßte Mar-

Digitized by Google

tens, einen neuen selbsttätigen sinnreichen Apparat zu bauen, den er möglichst genau den Voraussetzungen anpaßte, die für die Benutzung der Vicatnadel gelten. Seine Besonderheit besteht darin, daß nebeneinander aufgestellte Nadeln automatisch in bestimmten Zwischenräumen langsam auf den in Kästen befindlichen Zementbrei niedergelassen werden und in diesen wie bei der Vicatnadel frei eindringen. Nach Zurückführen der Nadel in die anfängliche Ruhelage schieben sich die Kästen um eine bestimmte Strecke vor. Die Eindringtiefen der Nadeln werden selbsttätig aufgezeichnet. Seiner allgemeinen Einführung stand leider die Kostspieligkeit seiner Apparatur entgegen. So ist es bei der Vicatnadel trotz deren unverkennbarer Mängel geblieben.

Gegenüber den Prüfverfahren für die Raumbeständigkeit und Abbindezeit hat dasjenige für die Mahlfeinheit im Laufe der Zeit keine Änderungen erfahren. In allen bis jetzt zur Einführung gelangten Normen ist das 900-Maschensieb und das Sieben von Hand vorgeschrieben. Die verschiedentlich vorgeschlagenen Verfahren für maschinelles Sieben haben sich nicht einbürgern können, da keines derselben die Ergebnisse der Handsiebung erreichte.

Gary hat seinerzeit versucht, die Körnungen der Zemente voneinander durch Windsichtung zu trennen, um auf diese Weise die Mahlfeinheit zu bestimmen, und hierzu einen besonderen Apparat gebaut. Man erhält zwar bei diesem Versuch verschiedene Kornfraktionen, indessen nicht allein nach Korngrößen, sondern auch nach spezifischem Gewicht geschieden. Der Apparat hat infolgedessen keine allgemeine Anwendung gefunden. Der Gedanke des Windsichtverfahrens ist jedoch nicht fallen gelassen, vielmehr wird zurzeit im Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem ein auf neue Grundlagen gestelltes Windsichtverfahren erprobt, das die darauf gesetzten Hoffnungen zu erfüllen verspricht[1]. Andere Verfahren, die auf dem bekannten Prinzip der Sedimentation aufgebaut sind, haben bis jetzt zu keinem Erfolg geführt.

Wie ich bereits eingangs meiner Ausführungen erwähnte, ist kein Verfahren der Zementnormenprüfung derart umstritten gewesen, wie dasjenige zur Ermittelung der Bindekraft, zu dem wir jetzt übergehen. Da Zement in der Praxis selten ohne Sand verarbeitet wird, nach den auch durch Laboratoriumsversuche bestätigten Erfahrungen aus der Festigkeit des reinen Zementes nicht auf dessen Bindekraft, d. h. sein Verkittungsvermögen mit Sand geschlossen werden kann, hatte man in die ersten Normen unter Verwerfung des Michaelisschen Vorschlages den Zement rein zu prüfen, die Prüfung einer Mischung von Zement und Sand eingeführt. Die selbstverständliche Vorbedingung für diese Prüfung war die Verwendung eines stets gleich bleibenden Sandes, der unter dem Namen Normalsand oder, wie er heute heißt, Normensand vorgeschrieben wurde und über den ich später noch zu sprechen habe. Nach den ersten Normen sollte der Zement in der Mischung 1:3 mit Normensand nach Gewichtsteilen auf Zugfestigkeit nach 28 Tagen Erhärtung unter Wasser geprüft und der Mörtel erdfeucht angemacht werden und zwar mit einem einheitlichen Wasserzusatz von 10%. Die Probekörper sollten von Hand mit einem Spatel eingeschlagen werden. Schon Böhme fand bei seinen Zementprüfungen, daß der vorgeschriebene Wasserzusatz von 10% bei vielen Zementen einen zu feuchten Mörtel ergab, und wich, weil er in dieser, der Eigenart der Zemente nicht Rechnung tragenden Vorschrift eine Schädigung mancher Zementerzeugnisse erblickte, selbständig von der Vorschrift ab und bemaß den Wasserzusatz derart, daß der Mörtel in allen Fällen erdfeuchte Beschaffenheit erlangte.

Obgleich die geschilderten Unstimmigkeiten für die damalige Zeit als allgemein bekannt vorausgesetzt werden können, ist es auffallend, daß wir noch in den Normen von 1887 für die Zugprobekörper die Probenherstellung von Hand zugelassen finden, allerdings neben der maschinellen Herstellung der Druckkörper, die nach Einführung des Böhmeschen Hammerapparates für die

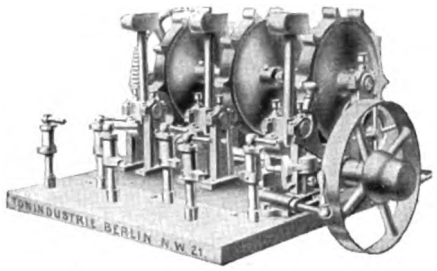


Abb. 9. Hammerapparat. Bauart Böhme.

inzwischen aufgenommene Druckfestigkeitsprüfung vorgeschrieben wurde (Abb. 9). Der Hammerapparat wurde der von Tetmajer ersonnenen und durch Klebe verbesserten Ramme gegenüber wegen seiner größeren Einfachheit und Handlichkeit bevorzugt (Abb. 10).

Die Einführung der Druckfestigkeitsprüfung gab der Maschinentechnik Anlaß, für die Druckversuche besonders geeignete und zugleich wohlfeile hydraulische

Abb. 10. Rammapparat. Bauart Tetmajer-Klebe.

Abb. 11. Hydraulische Presse. Bauart Amsler-Laffon.

Pressen zu bauen. So kamen auf den Markt die bekannten Pressen Amsler-Laffon (Abb. 11) und die der Augsburg-Nürnberger Maschinenfabrik, welch letztere

[1] Die Versuche sind inzwischen erfolgreich abgeschlossen. Vgl. H. W. Gonell, Ein Windsichtverfahren zur Bestimmung der Kornzusammensetzung staubförmiger Stoffe, dieses Sonderheft S. 114.

Digitized by Google

nach den Vorschlägen von Martens (Abb. 12) gebaut waren. Die stetige Steigerung der Zementfestigkeit brachte auch den Bau von Pressen mit größerer Kraft-

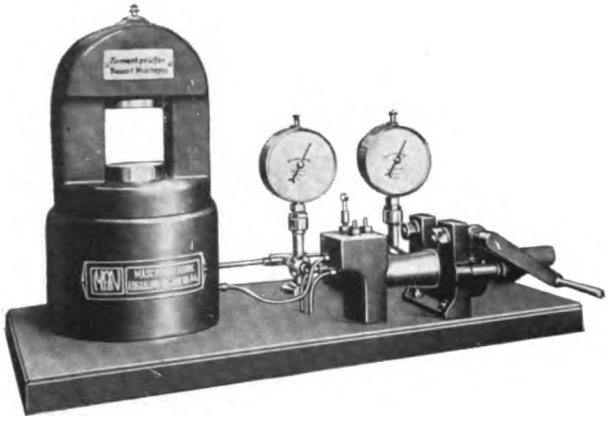


Abb. 12. Hydraulische Presse. Bauart Martens.

leistung mit sich. Eine solche Presse sehen Sie auf diesem Bild (Abb. 13).

Die Unzuträglichkeiten, die sich aus dem Fehlen eines einheitlichen Verfahrens zur Bestimmung des Wasserzusatzes, außerdem aber auch aus dem Mangel eines einheitlichen Mischverfahrens ergaben und sich dahin auswirkten, daß bei der Prüfung ein und desselben Zementes an verschiedenen Orten keine übereinstimmenden Festigkeitsergebnisse erzielt wurden — vielfach zum Schaden der Portlandzementindustrie — hatten sich inzwischen so gesteigert, daß das Bedürfnis nach maschinellen, den Einfluß der Handarbeit ausschließenden Verfahren brennend wurde.

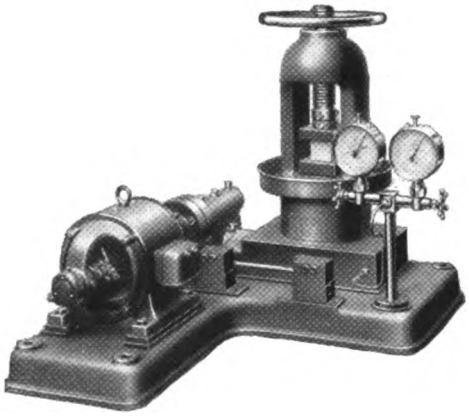


Abb. 13. Hydraulische Presse mit 60 t Kraftleistung.

Mit Aufgaben nach dieser Richtung wurde im Jahre 1895 von dem Verein Deutscher Portlandzementfabrikanten die sogenannte Gerätekommission betraut, die in Gemeinschaft mit der Kgl. mechanischen Versuchsanstalt in jahrelangen Versuchen, deren Ergebnisse dicke Aktenbände des Materialprüfungsamtes Dahlem füllen, neue Verfahren zur Bestimmung des Wasserzusatzes und des Mischens des Normenmörtels ausarbeitete. Vielseitige vergleichende Festigkeitsversuche wurden mit Normenmörtel vorgenommen, der einerseits von Hand mit der Maurerkelle auf dem Tisch und mit dem Spatel oder Löffel in der Schüssel, andererseits maschinell in der Kugelmühle und im Mischer Steinbrück-Schmelzer gemischt war. Auf Grund der Ergebnisse wurde der im Laufe der Versuchsarbeiten noch vervollkommnete Mörtelmischer Steinbrück-Schmelzer (Abb. 14) als geeigneter Mischapparat für den Normenmörtel empfohlen, besonders auch, nachdem sich gezeigt hatte, daß der wahrscheinliche Fehler bei der Prüfung der mit der Maschine gemischten Proben kleiner war als der wahr-

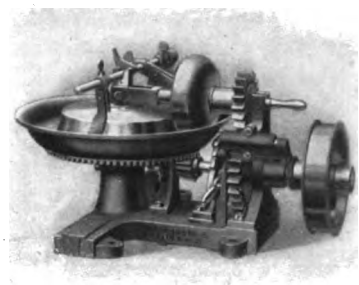


Abb. 14. Normenmörtelmischer. Bauart Steinbrück-Schmelzer.

scheinliche Fehler bei der Handmischung. Die Kugelmühle wurde als ungeeignet verworfen, weil beim Mischen des Mörtels in ihr der Normensand zerkleinert wurde. Auf Grund eingehender Versuche wurde die Dauer des Mischens und die Geschwindigkeit der Schalenumdrehung festgelegt.

Im Zusammenhang mit diesen Untersuchungen wurden auch ausgedehnte Versuche an Zug- und Druckkörpern zur Auffindung eines Verfahrens angestellt für die zuverlässige Bestimmung des zum Anmachen des Normenmörtels zu wählenden Wasserzusatzes, deren Ergebnis dahin ging, daß der Zeitpunkt des Wasser- oder Schlammaustrittes aus den an dem Aufsatzkasten der Druckform angebrachten Rillen als maßgebend für die Richtigkeit des Wasserzusatzes anzusehen sei (Abb. 15).

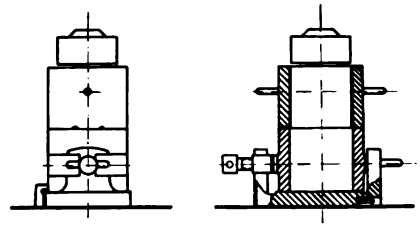


Abb. 15. Normen-Druckform.

Im Rahmen dieser Untersuchungen wurden zwecks Festlegung eines genauen Prüfverfahrens Versuche zur Klärung all der hierbei aufgetretenen Fragen zum einstweiligen Abschluß gebracht, so

1. über den Einfluß der Mörtelmenge auf die Dichtigkeit und Festigkeit der Probekörper,
2. über den Einfluß der Art des Einfüllens des Mörtels in die Formen,
3. über den Einfluß des Ölens der Formen auf die Festigkeit,
4. über den Einfluß der Mischarbeit mittels des Mörtelmischers unter Anwendung einer verschiedenen Anzahl Schalenumdrehungen,
5. über den Einfluß der schnelleren oder langsameren Folge der Hammerschläge,

und andere mehr.

Im Verfolg dieser Forschungsarbeiten beantragte im Jahre 1901 der Verein Deutscher Portlandzementfabri-

Digitized by Google

kanten beim Ministerium der öffentlichen Arbeiten die Abänderung der in Absatz VI der Normen von 1887 gegebenen Vorschriften zur Anfertigung der Zementsandproben, worauf der Minister mit Erlaß vom 13. März 1902 den Ersatz dieser Vorschriften durch die bekannten Bestimmungen für das Mischen des Normenmörtels und die Ermittlung des Wasserzusatzes verfügte, welche Bestimmungen später in die Normen von 1909 als vollgültig aufgenommen wurden.

Wie ich bereits erwähnte, hatte man schon zur Zeit der Einführung eines Sandmörtels an Stelle des reinen Zementes für die Bindekraftsprüfung den Einfluß der Art und Beschaffenheit des Sandes, sowie dessen Korngröße auf die Festigkeit des Mörtels und damit die Notwendigkeit der Einführung eines einheitlichen Sandes erkannt. Nach zahlreichen, an verschiedenen Stellen ausgeführten Versuchen wurde auf Vorschlag der Portlandzementfabrik Lossius-Delbrück schon in den ersten Normen von 1877 ein Sand vorgeschrieben, der durch Absieben auf dem 60- und 120-Maschensieb gewonnen war. Die Herstellung dieses Normensandes, die anfänglich jedem überlassen blieb, wurde in der Weise geregelt, daß der Sand zunächst in der Stettiner Zementfabrik in Züllchow und später in der Freienwalder Schamottefabrik in Freienwalde a. d. Oder erzeugt wurde.

Da sich von vornherein viele und große Schwierigkeiten nicht nur wegen der Fundstelle eines geeigneten Sandes und der Sicherstellung einer langjährigen Ausbeute, sondern auch wegen der Erzeugungsweise zur Erzielung eines gleichmäßigen Normensandes einstellten, wurde zur Regelung all dieser Fragen von Ihrem Verein die sogenannte Normensandkommission eingesetzt, die ja noch heute unter Vorsitz Ihres Herrn Dr. Goslich des Amtes waltet.

Zugleich wurden von dieser Kommission in Verbindung mit der Versuchsanstalt zu Charlottenburg sehr eingehende, mühevolle Versuche, die die Gewinnung eines gleichmäßigen, allen Ansprüchen genügenden Einheitssandes zum Ziele hatten, angestellt. Wenngleich im Jahre 1897 auf Antrag Ihres Vereins durch ministeriellen Erlaß die dauernde Überwachung der Herstellung des Normensandes durch die mechanisch-technische Versuchsanstalt verfügt und durchgeführt wurde, war das Fabrikationsverfahren in der ersten Zeit doch nicht so vollkommen, daß ein völlig einwandfreier Sand dauernd geliefert werden konnte, ein Umstand, der wegen der damit verbundenen Unsicherheit in der Prüfung des Portlandzementes zu großen Unzuträglichkeiten führte. Man erwog sogar aus diesem Grunde die Herstellung von Normensand aus Rhein- oder Grünstädter Sand. Und es bedurfte neuer und zäher Weiterarbeit unter Leitung des verdienstvollen Obmannes der Normensandkommission Dr. Goslich, um die Normensandfrage zu einem alle beteiligten Kreise befriedigenden Abschluß zu bringen; dies geschah, nachdem ein neues Verfahren für die Normensanderzeugung erprobt und die Kontrolle der Normensanderzeugung durch das Materialprüfungsamt Dahlem im Jahre 1907 nach einem von Martens gemachten Vorschlage in besonderer Weise geregelt worden war. Die Eigenschaften der Normen wurden wie folgt festgelegt.

Der Normensand wird aus einem tertiären Quarzlager der Braunkohlenformation in der Nähe von Freienwalde a. d. Oder durch Waschen und Sieben gewonnen. Er sollte folgenden Bedingungen entsprechen. Der Normensand soll mindestens 99% Kieselsäure und nicht mehr als 0,1% abschlämmbare Bestandteile enthalten. Seine Körner sollen durch kreisrunde Löcher von 1,35 mm Durchmesser fallen und auf kreisrunden Löchern von 0,775 mm Durchmesser liegen bleiben. Die Bleche der Kontrollsiebe sollen 0,25 mm dick sein. Bei der Kontrolle mit diesen Sieben dürfen nicht mehr als 2% zu grobe und 10% zu feine Körner zugelassen werden.

Es hat natürlich, namentlich weil in einigen außerdeutschen Ländern gemischtkörniger Normensand für die Zementprüfung vorgesehen ist, und solcher Sand bekanntlich höhere Mörtelfestigkeiten liefert als der gleichmäßig gekörnte deutsche Normensand, nicht an Bestrebungen gefehlt, auch in Deutschland einen gemischtkörnigen Sand für die Zementprüfung einzuführen, der außerdem noch den Vorteil hätte, die Ausgiebigkeit des Sandvorkommens beträchtlich zu erhöhen. Aber alle diese immer wieder neu auftauchenden Bestrebungen sind an dem zähen Widerstand der Verfechter des sich stetig mehr und mehr einbürgernden deutschen Normensandes, vor allem Ihres Dr. Goslich, der immer wieder mit Nachdruck auf die Mängel des gemischtkörnigen Sandes hinwies, gescheitert. So hat der deutsche Normensand, der sich im Laufe der Zeit Weltruf erworben und internationale Bedeutung erlangt hat, in der Zementprüfung seinen Platz behauptet, und wollte man heute die Geschichte des deutschen Normensandes schreiben, so müßte sie nicht betitelt werden: „Der deutsche Normensand", sondern: „Der Normensand Goslich".

Eine Eigenschaft, und zwar vielleicht die wichtigste, hat merkwürdigerweise in den ersten deutschen Zementnormen keine Berücksichtigung gefunden, nämlich die chemische Zusammensetzung des Portlandzementes. Erst im Anfang der 80er Jahre, als bekannt wurde, daß mehrere Zementfabriken ihren Erzeugnissen Hochofenschlacke beimischten und der Verein Deutscher Portlandzementfabrikanten daraufhin Anlaß nahm, gegen die Zumischung fremder Stoffe zum Portlandzement Stellung zu nehmen, weil durch das Überhandnehmen dieser Fälschungen der gute Ruf des deutschen Portlandzementes im In- und Auslande in Mißkredit gerate, stellte sich die Notwendigkeit heraus, auch der Frage der Zusammensetzung des Portlandzementes erhöhte Aufmerksamkeit zu schenken und durch entsprechende Ergänzung der Normen sich gegen das Eindringen gefälschten Portlandzementes zu schützen. So entstand die Begriffserklärung für Portlandzement in den Normen vom Jahre 1887.

Um den qualitativen und quantitativen Nachweis von Zusätzen zum fertigen Portlandzement zu erbringen, wurden mehrere Verfahren vorgeschlagen. Nachdem die Verfahren von Fresenius, Frühling, Weber und Heintzel, die alle auf verschiedenem Wege zum Ziele zu kommen suchten, sich als nicht zuverlässig genug erwiesen hatten, griff man auf die sogenannte Schwebeanalyse zurück, die 1898 Ljamin zur Bestimmung des freien Kalkes benutzte und baute diese im Material-

Digitized by Google

prüfungsamt Dahlem und im Labotarorium des Vereins Deutscher Portlandzementfabrikanten in Karlshorst weiter aus; sie beruht bekanntlich auf der Trennung

Abb. 16. Herstellungsraum für Zementproben.

der spezifisch leichteren Bestandteile der Schlacke von den spezifisch schwereren des Portlandzementklinkers durch eine Methylenjodid-Benzollösung. Ein anderes Verfahren ist später von Dr. Guttmann ausgearbeitet worden, das auf dem Wege der Auszählung der Schlackenanteile im mikroskopischen Bilde deren Menge bestimmt.

Zur Bestimmung der allgemeinen chemischen Zusammensetzung des Portlandzementes ist in Gemeinschaft von Dahlem und Karlshorst ein Analysengang festgelegt, der einheitlich die Art der Ermittlung der Einzelbestandteile des Zementes regelt.

M. H.! Meine Ausführungen sollten ihnen in gedrängter Form einen Überblick über die Entstehung und Entwicklung der Zementprüfung nach den Normen für Portlandzement geben. Wir haben gesehen, wie Prüfverfahren, die sich nicht bewährten, geändert, verlassen und dem Fortschritt der Erkenntnis entsprechend durch neue abgelöst wurden. Es ist das hohe Verdienst des Vereins Deutscher Portlandzementfabrikanten, als erster wissenschaftlicher Industrieverein Normen für die Prüfung seiner Erzeugnisse geschaffen und an der Vervollkommnung der Versuchsverfahren unablässig gearbeitet zu haben. So ist der Verein Deutscher Portlandzementfabrikanten bahnbrechend für die Prüfung und Wertschätzung der Portlandzemente des Handels gewesen und hat durch stetige Ausbildung und sorgfältige Beachtung der Lieferungs- und Prüfungsvorschriften die deutsche Portlandzementindustrie zu der hohen Blüte gebracht, deren sie sich heute erfreut.

Ergebnisse der Prüfung hochwertiger Portlandzemente nach den Normen.

Von **H. Burchartz**[1].

Im Betriebsjahre 1925/26 sind im Staatl. Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem 83 hochwertige Portlandzemente nach den deutschen Normen für Portlandzement und darüber hinaus auf Zug- und Druckfestigkeit nach 3 Tagen Wasserlagerung sowie auf Zugfestigkeit nach 28 Tagen Wasser- und kombinierter Lagerung untersucht worden. Von den 83 Zementen wurden 70 von Fabriken, also den Erzeugern, und 13 von Verbrauchern zur Prüfung eingereicht.

Sämtliche Zemente waren nach den Normen langsambindend und raumbeständig und bestanden auch die Darr- und Kochprobe.

Sie genügten auch sämtlich den Anforderungen der Normen hinsichtlich der Mahlfeinheit.

Von 75 Zementen erreichten 7, d. s. 9%, nicht die nach den „Bestimmungen des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton September 1925“ von hochwertigen Zementen für 3 Tage Wasserlagerung geforderte Mindestzugfestigkeit von 25 kg/cm².

Die nach den gleichen Bestimmungen für 3 Tage Wasserlagerung verlangte Mindestdruckfestigkeit von 250 kg/cm² wurde von allen Zementen erzielt.

Auch hinsichtlich der Zug- und Druckfestigkeit nach 28 Tagen kombinierter Lagerung erfüllten alle Zemente die in den genannten Bestimmungen enthaltene Vorschrift. (35 kg/cm² Zugfestigkeit und 450 kg/cm² Druckfestigkeit.)

Auf die Wiedergabe sämtlicher für die einzelnen Zemente ermittelten Versuchsergebnisse muß an dieser Stelle wegen Raummangels abgesehen werden. Um jedoch einen allgemeinen Überblick über diese Ergebnisse und gleichzeitig einen Anhalt für die Beurteilung des Zuverlässigkeitsgrades der für die einzelnen Eigenschaften gefundenen Werte zu gewinnen, sind die Ergebnisse in den Tafeln 1 bis 9 nach bestimmten Wertgruppen geordnet, nebst dem für jede Eigenschaftsgruppe aus sämtlichen Einzelwerten berechneten Mittelwert zusammengefaßt und in den Abb. 1 und 2 zeichnerisch dargestellt.

In den Tafeln ist ferner der in jeder Eigenschaftsgruppe gefundene Kleinst- und Größtwert aufgenommen; es sei indessen ausdrücklich bemerkt, daß diese Werte auf Zufälligkeiten beruhen und keine größere Bedeutung haben als jeder andere Einzelwert[1]. In den Tafeln ist für jede Wertgruppe einmal die Anzahl der Einzelfälle (n) und außerdem ihr Verhältnis zur Gesamtzahl der Fälle, diese = 100 gesetzt, angegeben.

Aus den Zusammenstellungen und dem Verlauf der Schaulinien ergibt sich folgendes:

[1] Original: Zement 16, Nr. 26, S. 538 42 (1927).

[1] Martens, Über den Zuverlässigkeitsgrad von Festigkeitsversuchen, Mitt. a. d. Kgl. Materialprüfungsamt 1911, S. 249 ff.

Digitized by Google

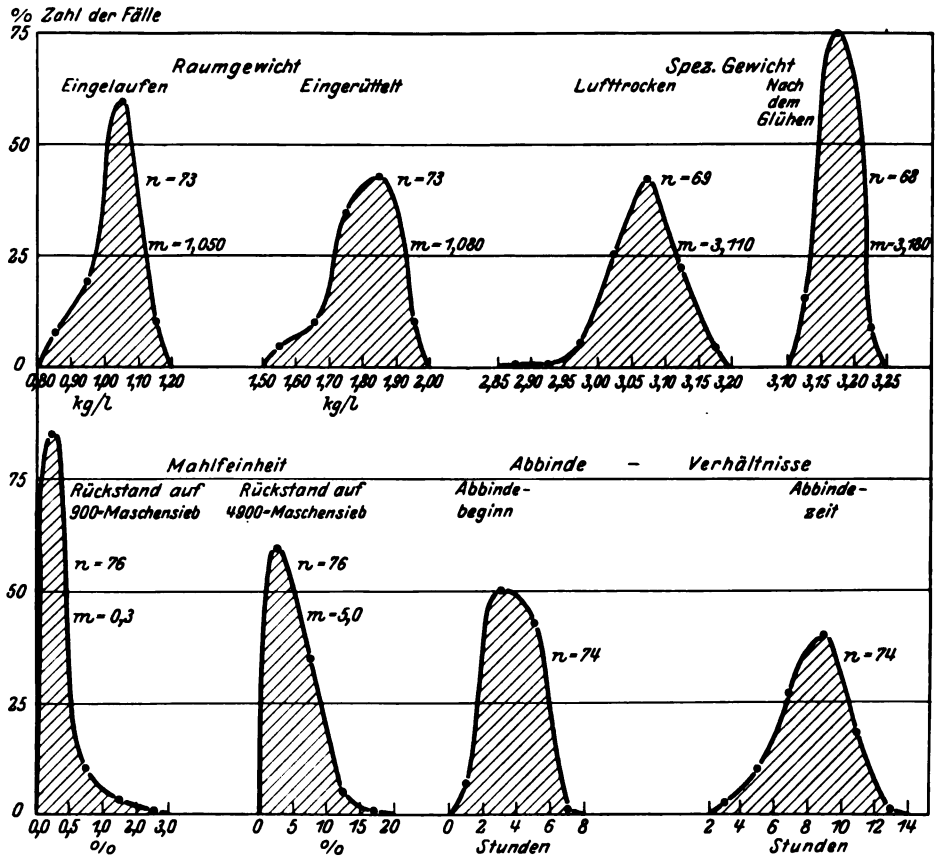


Abb. 1. Darstellung der Häufigkeit der Fälle innerhalb bestimmter Wertgruppen für Raumgewicht, spez. Gewicht, Mahlfeinheit und Abbindeverhältnisse.

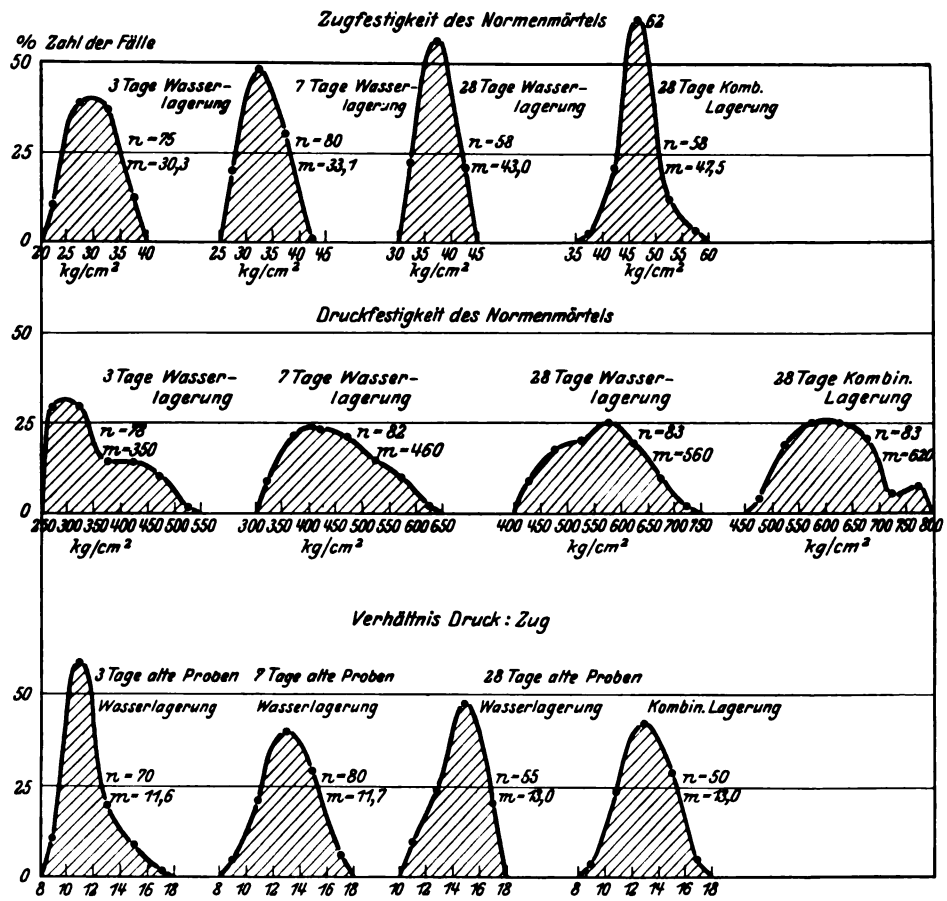


Abb. 2. Darstellung der Häufigkeit der Fälle innerhalb bestimmter Wertgruppen für Zugfestigkeit, Druckfestigkeit und Verhältnis Druck : Zug.

Digitized by Google

1. Raumgewicht (eingelaufen und eingerüttelt).

Tafel 1. Raumgewicht eingelaufen (Rl) und eingerüttelt (Rr).

Rl			Rr		
Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%		n	%
Kleinstwert = 0,880 kg			Kleinstwert = 1,510 kg		
0,80 bis 0,90 „	5	7	1,50 bis 1,60 „	3	4
1,90 „ 1,00 „	14	19	1,60 „ 1,70 „	7	10
1,00 „ 1,10 „	44	60	1,70 „ 1,80 „	25	34
0,10 „ 1,20 „	10	14	1,80 „ 1,90 „	31	42
	73		1,90 „ 2,00 „	7	10
				73	
Größtwert = 1,190 kg			Größtwert = 1,970 kg		
Mittelwert = 1,050 „			Mittelwert = 1,800 „		

Das Raumgewicht des eingelaufenen Zementes schwankt innerhalb verhältnismäßig geringer Grenzen, im wesentlichen (in 60% der Fälle) zwischen 1,0 und 1,10 kg/l. Durchschnittlich wiegt 1 l Zement eingelaufen **1,050 kg.**

Größere Abweichungen weisen die Werte für das Raumgewicht eingerüttelt auf. Diese liegen zwischen 1,50 und 2,00 kg/l. 1 l Zement wiegt eingerüttelt im Mittel **1,800 kg.**

Im Vergleich mit Normenportlandzement sind die hochwertigen Zemente leichter als die Normenportlandzemente, deren Raumgewicht eingelaufen durchschnittlich 1,160 kg/l und eingerüttelt 1,950 kg/l beträgt[1].

2. Spezifisches Gewicht (lufttrocken und geglüht).

Tafel 2. Spezifisches Gewicht lufttrocken (sl) und nach dem Glühen (sg).

sl			sg		
Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%		n	%
Kleinstwert = 2,860			Kleinstwert = 3,125		
2,90 bis 3,00	5	7	3,10 bis 3,20	62	91
3,00 „ 3,10	46	67	3,20 „ 3,25	6	9
3,10 „ 3,20	18	26		68	
	69				
Größtwert = 3,160			Größtwert = 3,226		
Mittelwert = 3,110			Mittelwert = 3,180		

Das spez. Gewicht des lufttrockenen Zementes liegt in der Mehrzahl der Fälle (67%) zwischen 3,0 und 3,1. Die übrigen Werte schließen sich eng an das Mittel an, das **3,16** beträgt. Noch gleichmäßiger ist das spez. Gewicht des geglühten Zementes, das in der weitaus größten Mehrzahl der Fälle (91%) zwischen 3,10 und 3,20 liegt. Das Mittel errechnet sich zu **3,18.**

3. Mahlfeinheit.

Sehr gleichmäßig sind die Werte für die Mahlfeinheit der Zemente. In 85% der Fälle beträgt der Rückstand auf dem 900-Maschensieb zwischen 0 und 0,5%.

[1] Burchartz: Die Eigenschaften von Portlandzementen, Eisenportlandzementen, Hochofenzementen und anderen hydraulischen Bindestoffen, Mitt. a. d. Materialprüfungsamt 1919, S. 85 u. f.

Tafel 3. Mahlfeinheit.

Rückstand auf dem 900-Maschensieb			Rückstand auf dem 4900-Maschensieb		
Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%		n	%
Kleinstwert = 0,0%			Kleinstwert = 0,1%		
0,0 bis 0,5%	65	85	0 bis 5%	44	59
0,5 „ 1,0%	8	11	5 „ 10%	27	35
1,0 „ 2,0%	2	3	10 „ 15%	5	6
2,0 „ 3,0%	1	1		76	
	76				
Größtwert = 3,0%			Größtwert = 15,0%		
Mittelwert = 0,3%			Mittelwert = 5,0%		

Durchschnittlich ergibt er sich zu **0,3%.** Etwas schwankender ist der Rückstand auf dem 4900-Maschensieb. In 59% der Fälle liegt dieser Rückstand zwischen 0 und 5% und in 35% der Fälle zwischen 5 und 10%. Mittel 5%.

4. Abbindeverhältnisse.

Tafel 4. Abbindeverhältnisse.

Abbindebeginn			Abbindezeit		
Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%		n	%
Kleinstwert = 1 Std.			Kleinstwert = $3^1/_2$ Std.		
1 bis 2 „	5	7	2 bis 4 „	2	3
2 „ 4 „	37	50	4 „ 6 „	8	11
4 „ 6 „	31	42	6 „ 8 „	20	27
6 „ 8 „	1	1	8 „ 10 „	30	40
	74		10 „ 12 „	13	18
			12 „ 14 „	1	1
				74	
Größtwert = $7^1/_4$ Std.			Größtwert = 14 Std.		

Der Abbindebeginn der Zemente liegt innerhalb verhältnismäßig geringer Grenzen, im wesentlichen (in 92% der Fälle) zwischen 2 und 6 Stunden. Größere Schwankungen zeigen die ermittelten Abbindezeiten, die für sämtliche Zemente zwischen 2 und 14 Stunden liegen. In 67% der Fälle binden die Zemente zwischen 6 und 10 Stunden ab.

5. Zugfestigkeit des Normenmörtels (Tafel 5).

a) Wasserlagerung:

Die Zugfestigkeit des 3 Tage alten Normenmörtels schwankt innerhalb ziemlich weiter Grenzen (zwischen 20 und 40 kg/cm²). In der Mehrzahl der Fälle (75%) liegt sie zwischen 25 und 35 kg/cm², in 9% der Fälle unter 25 kg/cm². 11 Zemente (15%) haben mehr als 35 kg/cm² Zugfestigkeit. Im Mittel beträgt sie **30,3 kg/cm².**

Auch die 7-Tagezugfestigkeit schwankt innerhalb ziemlich weiter Grenzen. Sie liegt in 79% der Fälle zwischen 30 und 40 kg/cm². 20% haben zwischen 25 und 35 kg/cm² und 1% zwischen 40 und 45 kg/cm² Zugfestigkeit. Mittel: **33,4 kg/cm².**

Sehr gleichmäßig ist die Zugfestigkeit des Mörtels nach 28 Tagen Wasserlagerung. In der Mehrzahl der Fälle (57%) liegt sie zwischen 35 und 40 kg/cm². 22% haben 30 bis 35 und 21% 40 bis 45 kg/cm² Zugfestigkeit. Mittel: **43,0 kg/cm².**

Digitized by Google

Tafel 5. Zugfestigkeit des Normenmörtels. Wasserlagerung.

3 Tage			7 Tage			28 Tage		
Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%		n	%		n	%
Kleinstwert = 20,4 kg/cm²			Kleinstwert = 26,3 kg/cm²			Kleinstwert = 31,0 kg/cm²		
20 bis 25 „	7	9	25 bis 30 „	16	20	30 bis 35 „	13	22
25 „ 30 „	29	39	30 „ 35 „	38	48	35 „ 40 „	33	57
30 „ 35 „	28	37	35 „ 40 „	25	31	40 „ 45 „	12	21
35 „ 40 „	11	15	40 „ 45 „	1	1		58	
Größtwert = 39,6 „	75		Größtwert = 40,4 „	80		Größtwert = 44,9 „		
Mittelwert = 30,3 „			Mittelwert = 33,4 „			Mittelwert = 43,0 „		

b) Kombinierte Lagerung:

Tafel 6. Zugfestigkeit des Normenmörtels. Kombinierte Lagerung.

Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%
Kleinstwert = 38,2 kg/cm²		
35 bis 40 „	1	2
40 „ 45 „	12	21
45 „ 50 „	36	62
50 „ 55 „	7	12
55 „ 60 „	2	3
	58	
Größtwert = 57,0 „		
Mittelwert = 47,5 „		

Ziemlich gleichmäßig ist die Zugfestigkeit nach 28 Tagen kombinierter Lagerung. In der Mehrzahl der Fälle (62%) liegt sie zwischen 45 und 50 kg/cm². 23% haben zwischen 35 und 45 kg/cm² und 15% zwischen 50 und 60 kg/cm² Zugfestigkeit (darunter 3% zwischen 55 und 60 kg/cm²). Mittel: **47,5 kg/cm².**

6. Druckfestigkeit des Normenmörtels (Tafel 7).

a) Wasserlagerung:

Die Druckfestigkeit des 3 Tage alten Normenmörtels weist erhebliche Schwankungen auf. Sie liegt insgesamt zwischen 250 und 550 kg/cm². In der Mehrzahl der Fälle (60%) liegt sie zwischen 250 und 350 kg/cm². 28% haben 350 bis 450 und 12% über 450 kg/cm² Druckfestigkeit. Mittel: **350 kg/cm².**

Die Druckfestigkeit des 7 Tage alten Normenmörtels schwankt ebenfalls innerhalb weiter Grenzen, insgesamt zwischen 300 und 650 kg/cm². Keine Wertgruppe weist eine ausgesprochene Mehrzahl auf. Mittel: **460 kg/cm².** Gleichfalls erheblich schwankend ist die Druckfestigkeit des 28 Tage alten Normenmörtels, die zwischen 400 und 750 kg/cm² liegt. Mittel: **560 kg/cm².**

b) Kombinierte Lagerung:

Tafel 8. Druckfestigkeit des Normengürtels. Kombinierte Lagerung.

Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%
Kleinstwert = 474 kg/cm²		
450 bis 500 „	2	3
500 „ 550 „	14	17
550 „ 600 „	20	24
600 „ 650 „	20	24
650 „ 700 „	17	20
700 „ 750 „	4	5
750 „ 800 „	6	7
	83	
Größtwert = 764 „		
Mittelwert = 620 „		

Auch die Druckfestigkeit des Normenmörtels nach 28 Tagen kombinierter Lagerung zeigt erhebliche Abweichungen. Sie schwankt insgesamt zwischen 450 und 800 kg/cm². Mittel: **620 kg/cm².**

7. Verhältnis Druck : Zug (Tafel 9).

Das Verhältnis Druck : Zug schankt für alle Altersstufen und Erhärtungsarten innerhalb ziemlich weiter Grenzen, und zwar zwischen 8 und 18. Im wesentlichen liegt es zwischen 10 und 16. Im Mittel beträgt es für

Tafel 7. Druckfestigkeit des Normenmörtels. Wasserlagerung.

3 Tage			7 Tage			28 Tage		
Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%		n	%		n	%
Kleinstwert = 254 kg/cm²			Kleinstwert = 325 kg/cm²			Kleinstwert = 431 kg/cm²		
250 bis 300 „	23	30	300 bis 350 „	7	9	400 bis 450 „	7	8
300 „ 350 „	23	30	350 „ 400 „	18	22	450 „ 500 „	13	17
350 „ 400 „	11	14	400 „ 450 „	19	23	500 „ 550 „	17	20
400 „ 450 „	11	14	450 „ 500 „	17	21	550 „ 600 „	21	25
450 „ 500 „	9	11	500 „ 550 „	12	14	600 „ 650 „	16	19
500 „ 550 „	1	1	550 „ 600 „	8	10	650 „ 700 „	8	10
	78		600 „ 650 „	1	1	700 „ 750 „	1	1
Größtwert = 550 „			Größtwert = 602 „	82		Größtwert = 704 „	83	
Mittelwert = 350 „			Mittelwert = 460 „			Mittelwert = 560 „		

Digitized by Google

Tafel 9. Verhältnis Druck : Zug.

Wasserlagerung								Kombinierte Lagerung		
3 Tage			7 Tage			28 Tage			28 Tage		
Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle		Grenzen	Zahl der Fälle	
	n	%		n	%		n	%		n	%
Kleinstwert = 8,6			Kleinstwert = 8,9			Kleinstwert = 10,4			Kleinstwert = 10,0		
8 bis 10	8	11	8 bis 10	3	4				8 bis 10	1	2
10 „ 12	45	59	10 „ 12	17	21	10 „ 12	5	9	10 „ 12	12	24
12 „ 14	15	20	12 „ 14	32	40	12 „ 14	13	24	12 „ 14	21	42
14 „ 16	7	9	14 „ 16	23	29	14 „ 16	26	47	14 „ 16	14	28
16 „ 18	1	1	16 „ 18	5	6	16 „ 18	11	20	16 „ 18	2	4
	76			80			55			50	
Größtwert = 17,8			Größtwert = 17,9			Größtwert = 17,7			Größtwert = 16,3		
Mittelwert = 12			Mittelwert = 14			Mittelwert = 13			Mittelwert = 13		

3 Tage Wasserlagerung **12**, für 7 Tage Wasserlagerung **14**, für 28 Tage **13** und für 28 Tage kombinierte Lagerung ebenfalls **13**.

Wenn auch nach Vorstehendem die Zugfestigkeit des 3 Tage alten Normenmörtels aus hochwertigen Portlandzementen die in den „Bestimmungen des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton" vorgeschriebene Mindestzugfestigkeit von 25 kg/cm² durchschnittlich um 21% überschreitet, so gibt doch die Tatsache, daß 9% der Zemente diese Forderung nicht erfüllt hat, zu denken; und so sehr eine hohe Zugfestigkeit der Zemente erstrebenswert und die Festlegung einer möglichst hohen Mindestzahl für diese Festigkeit im Interesse der Bautechnikt wünschenswert ist, wäre doch zu erwägen, ob an dieser immerhin strengen Bedingung festgehalten werden soll; es sei denn, daß die Zementtechnik inzwischen so große Fortschritte gemacht hat, daß die Zementindustrie mit Sicherheit die Erzielung der geforderten Mindestzugfestigkeit gewährleisten kann. Man muß nämlich bedenken, daß die Zementwerke, falls die Mindestzugfestigkeit von 25 kg/cm² nach 7 Tagen Erhärtung mit Sicherheit erreicht werden soll, ihre Fabrikation auf die Erzeugung eines Zementes von mindestens 30 kg/cm² Zugfestigkeit einstellen müssen.

Unbedenklich erscheinen nach den vorliegenden Ergebnissen die in den amtlichen Betonbestimmungen an hochwertigen Zement hinsichtlich der Druckfestigkeit nach 3 Tagen Wasserlagerung sowie der Zug- und Druckfestigkeit nach 28 Tagen kombinierter Lagerung gestellten Bedingungen; denn nicht nur haben sämtliche geprüften Zemente diese Forderungen erfüllt, sondern sie durchschnittlich weit überschritten, und zwar für Druckfestigkeit nach 3 Tagen Wasserlagerung um 30%, Zugfestigkeit nach 28 Tagen kombinierter Lagerung um 36%, Druckfestigkeit nach 28 Tagen kombinierter Lagerung um 38%.

Dieser Befund muß als überaus günstig bezeichnet werden und legt Zeugnis ab von der hohen Leistungsfähigkeit der deutschen Zementindustrie.

Tonerdezement.

Von **H. W. Gonell**[1].

Von jeher wurde die Unbeständigkeit des Portlandzementes gegen gewisse chemische Einflüsse als großer Mangel dieses Bindemittels empfunden. Insbesondere die leichte Zerstörbarkeit durch sulfathaltige Wässer macht ihn zu Bauten im Meerwasser, zu Tunnelauskleidungen in sulfathaltigem Gestein u. dgl. ungeeignet. Es war daher ein höchst wichtiges Problem des Bauwesens, einen Zement zu finden, der diese Nachteile des Portlandzementes nicht besitzt, ohne ihm jedoch in seinen übrigen Eigenschaften nachzustehen.

Schon Fremy[2] erkannte 1865, daß Kalkaluminate im Gemisch mit Sand einen gegen Atmosphärilien und Seewasser hervorragend beständigen und sehr schnell erhärtenden Mörtel geben. Vicat gab an, daß ein Zement bei dem das Verhältnis

$$\frac{SiO_2 + Al_2O_3}{CaO + MgO}$$

größer als 1 ist, vom Seewasser nicht angegriffen werde. Hieran anknüpfend gelangte Bied[1] im Jahre 1908 zur Erfindung des Tonerdezementes. Um den obengenannten Faktor größer als 1 werden zu lassen, kann entweder der Kieselsäure- oder der Tonerdegehalt des Zementes gesteigert werden. Da der Vermehrung der Kieselsäure Grenzen gesetzt sind, indem man bald zu Produkten gelangt, die gar keine Festigkeit mehr besitzen, blieb nur übrig eine Erhöhung des Tonerdegehaltes zu versuchen.

Bied erhielt durch Zusammenschmelzen von Bauxit und Kalkstein in bestimmtem Verhältnis einen Zement, der infolge des hohen Gehaltes an Kalkaluminaten sehr schnell außerordentlich hohe Festigkeiten erreicht und gegen Meerwasser und sulfathaltige Wässer beständig ist. Die chemische Zusammensetzung ist etwa die folgende:

[1] Original: Metallbörse, Bd. 16, Nr. 72, S. 2017/18; Nr. 74, S. 2076 (1926).

[2] Fremy: Comptes rendues Bd. 60, S. 993 (1865).

[1] Bied: Revue de Métallurgie, 1922, S. 759 (Memoires). Bulletin de la Société d'Encouragement pour l'Industrie nationale.

Digitized by Google

Kieselsäure (SiO_2). . . .	5 bis 12%,
Kalziumoxyd (CaO) . . .	35 bis 40%,
Tonerde (Al_2O_3).	40 bis 45%,
Eisenoxyd (Fe_2O_3) . . .	5 bis 20%.

Der Zement enthält also bedeutend mehr Tonerde als Portlandzement und wird demnach sinngemäß als Tonerdezement bezeichnet, während die handelsüblichen Bezeichnungen, wie „Ciment fondu", „Ciment electrique", „Alca-Schmelzzement", auf die Art der Herstellung Bezug nehmen. Indessen ist diese durchaus nicht wesentlich für die Eigenschaften des Produktes. Der Schmelzprozeß ist lediglich bedingt durch den Umstand, daß Sinterungstemperatur und Schmelzpunkt der Kalkaluminate sehr nahe beieinander liegen und daher Klinkerbildung im Großbetriebe nur schwierig zu erreichen ist. Man kann aus denselben Rohstoffen ebenso guten Zement durch Sinterung erhalten, wie durch Versuche mit kleinen Laboratoriumsöfen erwiesen ist[1].

I. Die Fabrikation.

Die Fabrikation im großen wurde von der Société anonyme des Chaux et Ciments de Lafarge et du Theil aufgenommen. Sie stellt den „Ciment fondu" in einem Wassermantelofen her. Die Rohstoffe, Bauxit und Kalkstein, werden nach Analyse in einem Verhältnis gemischt, das der oben angegebenen Zusammensetzung des Schmelzproduktes entspricht. Die Schmelzung erfolgt bei etwa 1500°. Die Schmelze wird abgestochen und erstarrt zu einer dunkelschiefergrauen sehr harten Masse, die ebenso wie Portlandzementklinker fein gemahlen wird. Die Fabrikation wurde erst während des Krieges in größerem Umfange betrieben, als von der französischen Armee ein rasch erhärtender Zement für Unterstände und den Geschützunterbau angefordert wurde.

Nach dem Kriege wurde vom Bureau d'organisation économique die Herstellung im elektrischen Ofen betrieben. An Stelle des Kalksteins wird hier Kalk verwendet, da sonst die starke Kohlendioxydentwicklung einen sehr großen Elektrodenverbrauch bewirken würde, indem bei der hohen Temperatur des Schmelzraumes CO_2 mit der glühenden Elektrodenkohle reagiert nach der Gleichung

$$CO_2 + C \rightarrow 2\,CO - 38{,}8\,\text{Cal.}$$

Seit 1920 wird elektrisch geschmolzener Tonerdezement in einem Werke der Société des Produits chimiques d'Alais, Forges et Camargue in Argentière la Bassé hergestellt und unter der Bezeichnung „Ciment électrique" in den Handel gebracht. Bei dem von dieser Gesellschaft verwendeten Ofen gelangen die Rohstoffe mit etwas Koks gemischt zunächst in einen Schacht, in dem sie unter fortschreitender Erhitzung dem Schmelzraum entgegengeführt werden. Der Schmelzraum ist mit einer Kohlensohle versehen, die mit dem einen Pol der Zuleitung verbunden ist, während die seitwärts in den Ofen eingeführten Elektroden an den anderen Pol angeschlossen sind. Zur Erzeugung der Schmelze ist ein Lichtbogen erforderlich, da die äußerst geringe Leitfähigkeit der Kalkaluminate den Betrieb des Ofens als Widerstandsofen unmöglich macht.

[1] Vgl. R. Grün: „Zement" 1924, S. 27ff. und 39ff.

In Belgien wird ein Schmelzzement hergestellt, der aber mehr Kalk enthält als der Tonerdezement und dementsprechend von R. Grün[1] als „Kalktonerdezement" bezeichnet wird. Seine Zusammensetzung ist etwa 15% SiO_2, 50% CaO, 28% Al_2O_3, 2% Fe_2O_3[2]. Seine Eigenschaften dürften also zwischen denen des Portlandzementes und des Tonerdezementes liegen. Ausführlichere Angaben liegen bisher nicht vor.

In der Schweiz erzeugt die „Société de la Fonte électrique de Bex" auf elektrothermischem Wege[2] Tonerdezement.

In England hat eine Tochtergesellschaft der Société de Lafarge die Fabrikation aufgenommen.

Seit 1924 wird auch in Deutschland Tonerdezement im elektrischen Ofen hergestellt, und zwar unter dem Namen „Alca-Schmelzzement" im Werk der Elektroschmelze A.-G. in Zschornewitz bei Golpa.

II. Eigenschaften.

a) Chemische Konstitution.

Zahlreiche Forscher haben untersucht, welche Kalkaluminate als Träger der Erhärtung des Tonerdezementes in Frage kommen[3], indem sie die verschiedenen Kalkaluminate in kleinen Laboratoriumsöfen synthetisch herstellten und auf ihre Eigenschaften prüften. Nach den Arbeiten von Schott[4], dem wir die ersten Zahlenangaben über das Erhärtungsvermögen der Kalkaluminate verdanken, Killig[5], Endell[6] und P. H. Bates[7] scheint das Monocalciumaluminat $CaO \cdot Al_2O_3$ die Hauptrolle zu spielen. Dagegen gelangt W. Dyckerhoff[8], gestützt auf wichtige petrographische Argumente, zu dem Ergebnis, daß der instabilen α'-Modifikation des Pentakalziumtrialuminats ($5\,CaO \cdot 3\,Al_2O_3$) ein bedeutender Anteil an der Bildung des Tonerdezementes zukommt. Diese instabile Verbindung wandelt sich zwar in reinem Zustande rasch um, bleibt aber im Schmelzfluß ternärer Gemische offenbar erhalten. Die Kieselsäure bewirkt in der Schmelze die Bildung von Dikalziumsilikat[9] oder — nach anderen Angaben — von Melilith. Beide Verbindungen haben nur schwach hydraulische Eigenschaften und können daher bei der Erhärtung des Tonerdezementes keine wesentliche Rolle spielen. Über den Vorgang des Abbindens und Erhärtens der Kalkaluminate haben Kaisermann[10], Gallo[11], H. Passow[12] u. a. Untersuchungen angestellt. Danach spalten die niedrig basischen Aluminate Tonerde als Gel ab

[1] R. Grün: T. J. Z. 1924, Nr. 24, Zement 1924, S. 27/30, 39/41.

[2] „Zement" 1924, 274.

[3] Shepherd, Rankin and Wright: Am. J. of Science, Vol. 28, S. 293. 1910. — S. Spakman: Vortrag v. d. Am. Soc. for Test. Materials, Atlantic-City, Juli 1910; Le Chateliers: Recherches expérimentales, S. 5.

[4] O. Schott: Diss. Heidelberg 1906.

[5] Killig: Zementprotokoll 1913, 1919.

[6] Endell: Zement 1919, S. 319.

[7] P. H. Bates: Technol. Papers of the Bureau of Standards 1921, Nr. 197.

[8] W. Dyckerhoff: Zement 1924, 386; 1925, 60.

[9] A. Troche: „Beton und Eisen", 1923, S. 271.

[10] Kaisermann: Diss. Jena 1910.

[11] Gino Gallo: T. J. Z. 1919, S. 140.

[12] H. Passow: Diss. Hamburg 1922.

Digitized by Google

und gehen in Trikalziumaluminat über, das unter Wasseraufnahme erstarrt[1].

Eine eindeutige Klärung der Konstitution und der chemischen Umsetzungen im Tonerdezement ist indessen durch alle diese Arbeiten noch nicht erzielt worden. Die Ansichten gehen in dieser Beziehung beim Tonerdezement noch weiter auseinander als beim Portlandzement, dessen Konstitution ja auch noch nicht ganz feststeht, obwohl wir ihn schon über 100 Jahre kennen.

b) Hydraulischer Modul und Silikatmodul.

Infolge des hohen Tonerdegehaltes ist der hydraulische Modul bedeutend kleiner als beim Portlandzement und hat den Wert von etwa 0,5 bis 1,1. Der Silikatmodul wurde zu 0,14 bis 0,25 gefunden.

Das spezifische Gewicht ist etwas größer als 3 (3,07 bis 3,2), das Litergewicht eingelaufen etwas über 1 kg.

c) Abbinden und Erhärten.

Die Abbindezeit des Tonerdezementes entspricht der eines normalen Portlandzementes (auch der Wasseranspruch ist annähernd der gleiche). Nach Bied liegt der Beginn des Abbindens bei etwa 4 St., das Ende bei 7 bis 8 St., nach anderen Angaben bei 2 bzw. 4 bis 5 St. Elektrozement soll etwas langsamer abbinden als im „Waterjacket" geschmolzener. Beim Abbinden findet eine außerordentliche Temperaturerhöhung statt, die von manchen Autoren auf über 150° angegeben wird[2]. A. Hummel beobachtete bei 1000 g „Elektrociment" im Alter von 4 bis 8 St. eine Temperaturerhöhung von 113°[3]. Es ist deshalb notwendig, für genügende Feuchtigkeit der Atmosphäre während des Abbindens zu sorgen und Mörtel und Beton nicht zu trocknen anzusetzen.

Wie schon erwähnt, erreicht der Tonerdezement sehr schnell große Anfangsfestigkeiten. Seine Festigkeit nach einem Tage entspricht etwa der 28 Tage-Festigkeit von Portlandzement. Auch die hochwertigen Portlandzemente einschließlich des Sonderportlandzementes von Holderbank bleiben hinsichtlich der Schnelligkeit der Erhärtung hinter ihm zurück. Nach 28 Tagen findet allerdings eine Annäherung der Werte statt, da der Tonerdezement nur langsam weitererhärtet. Auffallend ist besonders das Ausbleiben einer Zunahme der Zugfestigkeit bei Wasserlagerung, das bei „Ciment fondu" auch bei Luftlagerung (nach Angabe von Gehler) beobachtet wurde. Eine Übersicht über die Festigkeitswerte von Tonerdezement im Vergleich mit normalem und hochwertigem Portlandzement gab Gehler in seinem Vortrage auf der Hauptversammlung 1924 des Vereins Deutscher Portlandzementfabrikanten[4]. Dieser Übersicht sind die in der folgenden Tabelle aufgeführten Werte zum Teil entnommen.

d) Widerstandsfähigkeit gegen chemische Einflüsse.

Die wertvollste Eigenschaft des Tonerdezementes ist seine hohe Beständigkeit gegen chemische Einflüsse.

[1] Nach Gallo entsteht $3\,CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 10\,H_2O$.
[2] Engineering, Vol. 114, S. 180/181.
[3] Hummel: Bauingenieur, 1924, S. 110.
[4] Gehler: „Zement" 1924, S. 160, 175, 189, 203.

Zugfestigkeit. (1 Zement + 3 Normensand.)

	Wasserlagerung in Tagen					Komb. Lagerung
	1	2	3	7	28	28 Tage
Portlandzement[1] (Grundmann, Oppeln)	—	14,9	—	20,5	—	39,7
Hochwertiger Portlandzement[1] (Standard) . .	—	21,9	—	26,9	—	41,7
Holderbank-Spezialmarke[2] (Mittel aus 3 Sorten) . .	—	—	33,7	40,9	—	45,7
Ciment fondu[3].	32,3	38,5	32,1	35,5	32,5	—
Ciment fondu[4].	—	—	33,6	33,0 (6 Tage)	—	31,2
Elektrociment[5]	34,6	—	31,4	32,2	—	40,8
Alca-Schmelzzement[6]. . .	—	—	29,0	33,4	32,5	51,7

Druckfestigkeit. (1 Zement + 3 Normensand.)

	Wasserlagerung in Tagen					Komb. Lagerung
	1	2	3	7	28	28 Tage
Portlandzement[1] (Grundmann, Oppeln)	—	125	—	186	—	353
Hochwertiger Zement[1] (Standard)	—	219	—	351	—	542
Hochwertige Portlandzement[2] (Holderbank-Spezialmarke)	—	—	403	545	—	661
Ciment fondu[3].	344	425	415	478	582	—
Ciment fondu[4].	434	502	538	599 (6 Tage)	—	636
Elektrociment[5]	434	—	535	558	—	680
Alca-Schmelzzement[6]. . .	—	—	569	580	627	741

Nach den bisherigen Untersuchungen steht bereits fest, daß Tonerdezement gegen Meerwasser, Kalziumsulfat- und Magnesiumsulfatlösung beständig ist[7]. So beobachtete Nietzsche beim Lagern der Probekörper in starker Magnesiumsulfatlösung während der Dauer eines Jahres keinerlei äußere Veränderung, guten Anstieg der Zugfestigkeit, geringfügige Abnahme der Druckfestigkeit. Bied[7] gibt an, daß man dem Tonerdezementmörtel an Stelle von Sand einen beträchtlichen Teil zerstoßenen Anhydrits[8] zusetzen kann, ohne daß schädliche Wirkungen auftreten.

Über das Verhalten von Mörtelkörpern in verschiedenen anderen Chemikalien hat H. Eisenbeck, Zschornewitz, umfangreiche Versuche angestellt, von deren Ergebnissen einiges angeführt sei[9]. Tonerdezement erwies sich gegen den Angriff von 1proz. Salzsäure, Salpeter-

[1] Versuche von Gehler, Versuche a. d. Materialprüfungsamt Dresden (Zement, 1924, S. 192, 193).
[2] Versuche im Materialprüfungsamt Zürich.
[3] Fabrikat Soc. anonyme de Lafarge et du Theil. Versuche von N. de Tedesco (Beton und Eisen 1922, S. 275).
[4] Versuche von Suenson-Kopenhagen (Beton u. Eisen 1923, S. 276).
[5] Versuche von A. Hummel (Diss. Karlsruhe 1924, Bauingenieur 1924, S. 110).
[6] Versuche des Staatl. Materialprüfungsamts Berlin-Dahlem.
[7] Vgl. z. B. Jeanneret: Bulletin technique de la Suisse Romande, Febr. 23, Ref. Bauing. 1923, S. 345. Nitzsche: Zement 1924, S. 136. Bied: Revue de Métallurgie 1922, 759ff.
[8] Anhydrit ist die in der Natur vorkommende kristallwasserfreie Modifikation des Kalziumsulfates.
[9] H. Eisenbeck: Chem.-Zg. 50, S. 202—204, 239—241 (1926) mit zahlreichen Tabellen und Kurvenbildern.

Digitized by Google

säure und insbesondere von Schwefelsäure widerstandsfähiger als Portlandzement. Lösungen von Ammonsalzen, verschiedenen Chloriden und Sulfaten hatten keinen oder nur geringen Einfluß auf die Festigkeit. Dagegen zeigte sich beim Lagern in 5proz. Natriumbikarbonatlösung starkes Absinken der Festigkeit, während Portlandzement nicht angegriffen wurde. Auch in Natronlauge zeigten sich starke Schwankungen der Druckfestigkeit. Haegermann und Hart[1] untersuchten das Verhalten des Zementmehles in verschiedenen Lösungen.

Gasförmige Kohlensäure beeinflußt den Verlauf des Abbindens des Tonerdezementes, indem sich an der Oberfläche eine absandende Schicht bildet, die besonders bei reinem Zement bemerkbar ist, am Mörtel aber weniger in Erscheinung tritt. Durch dauerndes Feuchthalten während des Abbindens (Bedecken mit feuchten Tüchern) kann das Absanden verhindern, durch starkes Anfeuchten der absandenden Schicht nachträgliches Abbinden bewirkt werden[2].

III. Die Verwendung in der Praxis.

Einer allgemeinen Verwendung des Tonerdezementes im Beton- und Eisenbetonbau, für den er infolge seiner schnellen Erhärtung und der dadurch ermöglichten Abkürzung der Bauzeit große Vorteile bietet, steht bisher noch der hohe Preis entgegen.

Für normale Eisenbetonbauten, bei denen eine Verkürzung der Bauzeit und erhöhte Festigkeit erzielt werden soll, kommt daher im allgemeinen nur hochwertiger Portlandzement in Frage, der nur etwa 1,2mal soviel wie gewöhnlicher Portlandzement kostet, den Tonerdezement aber hinsichtlich der Anfangsfestigkeiten nicht erreicht.

Den Tonerdezement wird man dagegen in allen den Fällen anwenden, wo es auf besondere Schnelligkeit der Ausführung oder auf besondere Widerstandsfähigkeit gegen Meerwasser oder sulfathaltige Wässer ankommt.

Die Verwendung während des Krieges bei den Heeren der Entente für Geschützbettung, zum Bau von Unterständen usw. wurde bereits erwähnt. In Paris werden die Straßenbahnschienen in Tonerdezement verlegt, wodurch die Unterbrechung des Betriebes auf ein Mindestmaß an Zeit beschränkt wird[2]. Ebenso ist der Tonerdezement natürlich auch für den Bau von Untergrundbahnen und von Überführungen u. dgl. an in Betrieb befindlichen Eisenbahnstrecken mit Vorteil anzuwenden.

Eine sehr wertvolle Eigenschaft des Tonerdezementes ist sein ausgezeichnetes Haftvermögen an Portlandzementmörtel und -beton. Man kann daher den Tonerdezement sehr gut zum Verbinden von Teilen aus Portlandzementbeton verwenden, z. B. zum Vergießen der Ankerbolzen in Maschinenfundamenten und auch zum Kitten von Rissen in denselben[1]. Bei Hochbauten, die aus fabrikmäßig hergestellten Eisenbetonbaugliedern zusammengesetzt werden, sind die Stoßstellen, wenn die Verbindung durch Tonerdezement erfolgt, schon nach 1 bis 2 Tagen tragfähig[2]. Zu diesem Zwecke wurde der Tonerdezement zuerst von Lossier angewendet[3]. Kürzlich berichtete H. Becker über den Bau eines Schachtes in einem Bergwerk aus vorher fertiggestellten Betonteilen, die mit Tonerdezementmörtel vermauert wurden[4].

Infolge der starken Temperaturerhöhung beim Abbinden kann Tonerdezement bei viel niedrigeren Außentemperaturen verarbeitet werden als Portlandzement[5].

Endlich wird der Tonerdezement überall dort bevorzugt werden, wo die Widerstandsfähigkeit gegen Meerwasser oder sulfathaltige Wässer von Wichtigkeit ist. Praktisch bewährt hat sich der Tonerdezement bereits bei Tunnelbauten in gipshaltigem Gestein, wo Portlandzement rasch der Zerstörung anheimgefallen war, so z. B. beim Bau des Brauß-Tunnels der Linie Nizza—Coni[6] und beim Tunnel von Magnacum (Schweiz)[7].

Infolge der guten Haftfähigkeit an Portlandzement kann man Rohre aus diesem Material innen mit einer Schicht aus Tonerdezement versehen, um sie widerstandsfähig gegen angreifende Flüssigkeiten zu machen[8].

Tonerdezement kann mit Portlandzement bis zur Höhe von 10% gemischt verarbeitet werden, vorausgesetzt, daß die Mischung ganz gleichmäßig ist und am besten durch gemeinsames Mahlen beider Stoffe erfolgt. Findet dagegen eine örtliche Verunreinigung des Tonerdezementes mit einem anderen Zement oder mit Kalk statt, so wird dadurch die Erhärtung empfindlich gestört. Auf solche Verunreinigungen, wie sie durch Unachtsamkeit auf der Baustelle vorkommen können, sind wahrscheinlich Mißerfolge mit Tonerdezement, über die zuweilen berichtet wird, in den meisten Fällen zurückzuführen[9].

[1] Haegermann und Hart: Zement 14, S. 204 (1925).

[2] H. Vierheller: Zement 14, S. 597 (1925). H. W. Gonell: „Über die Ursache der Abbindestörungen bei Tonerdezement", Zement 15, S. 714/15 (1926). Diese Mitteilungen, S. 18.

[1] Vgl. z. B. Zement 14, 635 (1925).

[2] Vgl. A. Troche, l. c. über Versuche von Suenson-Kopenhagen.

[3] Bied: Revue de Métallurgique, l. c.

[4] Zement 14, S. 769 (1925).

[5] Siehe z. B. O. Gaßner: Zement 14, 293 (1925).

[6] „Zement" 1924, S. 274, Referat nach einem Bericht von A. Paris-Lausanne.

[7] Vgl. H. Eisenbeck: l. c., S. 202.

[8] R. Vierheller: Baumarkt 1926, Nr. 2 und 3.

[9] Ein vollständiges Verzeichnis der bis zum Jahre 1925 erschienenen Literatur über Tonerdezement findet sich bei O. Gaßner: Zement 14, 216 (1925).

Digitized by Google

Über die Ursache der Abbindestörungen bei Tonerdezement.

Von **H. W. Gonell**[1].

Bei der Ausführung der üblichen normenmäßigen Raumbeständigkeitsprobe an Tonerdezement wird beobachtet, daß die Probekuchen „absanden", d. h. sie bilden an der Oberfläche eine leicht mit dem Finger abreibbare Schicht. Im übrigen sind die Kuchen aber eben und rißfrei, an der Berührungsfläche mit der Glasplatte stets vollständig abgebunden, glashart, hochglänzend und von dunkelgrauer (in feuchtem Zustande von schwarzer) Farbe.

Es liegt nahe, das „Absanden" auf die Einwirkung der Luft zurückzuführen, und zwar käme wohl nur die Kohlensäure als wirksamer Faktor in Betracht. Aus kalkarmen Portlandzementen hergestellte Proben haben ebenfalls bisweilen „Absanden" gezeigt. Kühl und Michaelis haben festgestellt, daß die Erscheinung auf die Wirkung der Luftkohlensäure zurückzuführen ist[2]. Die Versuche von Vierheller[3] an „Alca-Schmelzzement" sprechen ebenfalls für diese Erklärung, während Nitzsche und Gündel[4] behaupten, daß die Absandung auch in CO_2-freier Atmosphäre auftritt, und also nicht durch die Einwirkung der Kohlensäure, sondern durch starke Wasserverdunstung aus der Oberfläche der Kuchen zu deuten sei.

Zur Klärung der Frage wurden die im folgenden beschriebenen Versuche mit Probekuchen aus Tonerdezement angestellt.

Der Tonerdezement war „Alca-Schmelzzement", den die Elektroschmelze G. m. b. H. zur Verfügung gestellt hatte. Die zu den Proben erforderlichen Probekörper, Kuchen, wie sie für die normenmäßige Raumbeständigkeitsprüfung benutzt werden, wurden aus reinem Zement mit 25% Wasserzusatz gefertigt. Die Kuchen wurden jeweils sofort nach der Herstellung auf Glasplatten liegend in die Untersuchungsatmosphäre gebracht.

a) Die Kuchen wurden in feuchter Luft aufbewahrt:

Die absandende Schicht war etwa 1 mm dick, und zwar konnte man eine obere Schicht, die in großen, etwa 0,5 mm dicken Stücken abblätterte, und eine darunter liegende von annähernd gleicher Dicke, die sich leicht mit dem Finger abreiben ließ, unterscheiden. Beide Schichten waren hellbraun gefärbt, während der abgebundene Teil des Kuchens dunkelgrau war. Die obere absandende Schicht schien etwas heller als die untere. Die Unterseite des Kuchens war vollständig hart und hochglänzend.

b) Die Kuchen wurden unter einer Glasglocke, die mit feuchter Kohlensäure gefüllt war, aufbewahrt:

Die absandende Schicht war merklich stärker als bei a). Ihr oberer Teil blätterte schon bei leiser Berührung in etwa 0,8 mm Dicke ab. Die Dicke der ganzen absandenden Schicht war 1,5 bis 2 mm. Farbe und Unterseite wie unter a).

c) Die Kuchen wurden im Exsikkator über Kalilauge aufbewahrt, und zwar wurde der Exsikkator zuerst bis auf etwa 30 mm Druck evakuiert und dann mit Luft, die über Natronkalk geleitet und somit kohlensäurearm war, gefüllt:

Die Kuchen waren einheitlich dunkelgrau gefärbt. Die Oberfläche ließ sich mit dem Fingernagel ritzen und bei starkem Druck mit dem Finger etwas abreiben. Die Kuchen konnten nahezu als scharfkantig bezeichnet werden. Unterseite wie a) und b).

d) In Sauerstoff über Kalilauge banden die Kuchen vollständig ab und hatten in feuchtem Zustande schwarze Farbe.

e) Die Kuchen wurden im auf 12 mm evakuierten und dann verschlossenen Exsikkator über Natronkalk + Chlorkalzium gelagert: Das Ergebnis entsprach dem des Versuches d). Die Kuchen waren dunkelgrau, scharfkantig und ließen sich nur bei Anwendung starken Druckes mit dem Fingernagel ritzen. Infolge des Entweichens von Luft aus dem Innern der Kuchen beim Evakuieren war das Gefüge der Kuchen porig und die Oberfläche stellenweise rissig. Daneben traten infolge der beschleunigten Verdunstung auch Schwindrisse auf.

f) Die Kuchen wurden in einem Exsikkator aufbewahrt, der Wasser enthielt und evakuiert wurde, so daß sie sich in einer fast kohlensäurefreien und nahezu wasserdampfgesättigten Atmosphäre befanden. Absandung wurde nicht beobachtet. Aussehen der Kuchen wie unter d).

g) Die Kuchen wurden mit einem dicht an der Oberfläche anliegenden Uhrglase bedeckt. Absandung trat nur an dem mit Luft in Berührung stehendem Rande zwischen Uhrglas und Unterlage und an einzelnen kleinen nesterartigen Stellen ein[1].

h) Die Kuchen wurden mit einem größeren Uhrglase überdeckt, so daß sich noch ein Luftraum von etwa $^1/_2$ cm Höhe über dem Kuchen befand, und der Rand des Uhrglases mit Wachs luftdicht auf die Glasunterlage aufgekittet. Die Abbindung war ebenfalls vollständig. Hierbei wurde beobachtet, daß das von den Kuchen infolge der Erwärmung beim Abbinden abgegebene und am Uhrglase niedergeschlagene Wasser nachträglich vollständig aufgenommen wurde. Ließ man den Kuchen unter dem gleichen Uhrglase abbinden, ohne ihn luftdicht abzuschließen, so trat Absandung ein.

i) Die nichtabgebundene Schicht der in Luft oder Kohlensäure gelagerten Kuchen band nachträglich mit Wasser ab, wie auch Nitzsche und Vierheller festgestellt haben. Das Alter der Kuchen spielt dabei keine Rolle. Die absandende Schicht von Kuchen, die vier Monate in Zimmerluft gelegen hatten, band ebensogut ab wie die von 1 Tag alten Kuchen. Das nachträgliche

[1] Original: Zement 15, Nr. 39, 714/15 (1926).

[2] Vortrag von H. Kühl auf der Generalversammlung des Vereins Deutscher Portland-Cement-Fabrikanten.

[3] H. Vierheller: „Zement" 1925, S. 597.

[4] G. Nitzsche und W. Gündel: „Zement" 1925, S. 184.

[1] Auf diese gelegentlich vorkommende Nesterbildung hat s. Z. Hummel schon hingewiesen (Bauing. 1924, S. 110).

Digitized by Google

Abbinden wurde bewirkt durch starkes Anfeuchten der Oberfläche und Bedecken mit einem feuchten Tuch. Das Absanden konnte auch dadurch verhindert werden, daß die Kuchen schon nach wenigen Stunden mit einem feuchten Tuch bedeckt wurden. Die nachträglich abgebundene Schicht war an der Bruchfläche zerbrochener Kuchen als dunklerer Streifen zu erkennen.

Die Prüfung der Kuchen auf Gehalt an Kohlensäure hatte folgendes Ergebnis: In der absandenden Schicht eines Zementkuchens wurden 4,6% Kohlensäure festgestellt, in dem vollständig erhärteten Teil desselben Kuchens nach sorgfältigem Abschaben der absandenden Schicht dagegen nur 1,6%. Der Kohlensäuregehalt der absandenden Schicht ist also fast dreimal so groß als der des abgebundenen Zementes. Dies läßt sich auch schon ohne weiteres erkennen, wenn man zum Vergleich abgesandeten und abgebundenen Zement mit Salzsäure befeuchtet. Nur bei ersterem ist starkes Aufbrausen zu beobachten.

Die vorstehend beschriebenen Versuche bestätigen also durchaus die Ergebnisse der Versuche Vierhellers, die auch auf eine Einwirkung der Kohlensäure hindeuten. Die Ansicht Nitzsches, daß der Tonerdezement infolge der starken Erwärmung und hierdurch bedingten Verdunstung des Anmachewassers absande, erscheint insbesondere durch den Versuch e) eindeutig widerlegt, da hier unter starker Begünstigung der Verdunstung vollständiges Abbinden eintrat. Richtig ist nur, daß in Gegenwart von Kohlensäure möglichste Verhinderung der Verdunstung des Wassers, d. h. für die Praxis gutes Feuchthalten des Zementes günstig wirkt, worauf ja Vierheller auch schon hingewiesen hatte. Im übrigen macht sich im Mörtel schon das Absanden kaum bemerkbar, wie an Proben aus Normensandmörtel festgestellt werden konnte.

Die innere Ursache der starken Einwirkung der Kohlensäure ist wohl in der Empfindlichkeit der hydratisierten Kalziumaluminate gegen Kohlensäure zu suchen. Offenbar ist diese Empfindlichkeit während der Hydratbildung beim Abbinden besonders groß; denn vollständig abgebundener Tonerdezement zeigte innerhalb der bisherigen Beobachtungzeit in trockener Kohlensäureatmosphäre keine Veränderung. Über die Zersetzung von Kalziumhydroaluminaten durch Kohlensäure berichtete seinerzeit Hellweg[1]. Ob kohlensaures Wasser auf das Erhärten von Tonerdezement von Einfluß ist, sollen weitere Versuche ergeben, die bereits im Gange sind.

[1] Dr.-Ing. Hellweg: Zement 12, S. 245 (1923).

Versuche mit Hochofenzement.

Abschließender Bericht, erstattet von **H. Burchartz**[1].

Im Jahre 1912 richtete der Verein deutscher Hochofenzementwerke an den preußischen Minister der öffentlichen Arbeiten den Antrag, den Hochofenzement zu Staatsbauten zuzulassen. Gleichzeitig legte der Verein einen Entwurf von Normen für einheitliche Lieferung und Prüfung von Hochofenzement, der im Wortlaut mit den deutschen Normen für Portlandzement und Eisenportlandzement vom Jahre 1909, von einigen Abweichungen abgesehen, übereinstimmte, zur Genehmigung vor. Bevor diesem Gesuch entsprochen wurde, gab der Minister dem Verein anheim, zunächst Versuche mit Hochofenzement im staatlichen Materialprüfungsamt in Berlin-Dahlem anstellen zu lassen in gleicher Weise, wie sie früher mit Eisenportlandzement vorgenommen worden waren, um dessen Gleichwertigkeit mit Portlandzement darzutun.

Daraufhin wurde vom Verein deutscher Hochofenzementwerke gemeinsam mit dem Materialprüfungsamt ein Arbeitsplan über Versuche mit Hochofenzement aufgestellt, der vom Minister der öffentlichen Arbeiten mit Erlaß vom 9. Januar 1914 genehmigt wurde.

Im März 1914 wurden dann von sämtlichen damals dem Verein angehörenden Werken durch das Materialprüfungsamt Zementproben entnommen und nach Eintreffen im Amt nach den Normen geprüft, um auf Grund der gewonnenen Ergebnisse die Auswahl der Zemente für die Hauptversuche zu treffen, da für diese diejenigen beiden Zementmarken verwendet werden sollten, die sich bei der Normenprüfung als die schlechteste und die beste erwiesen hätten.

Die in dem Arbeitsplan vorgesehenen Untersuchungen zerfielen in zwei Hauptreihen, von denen die eine Mörtelprüfungen, die andere Betonprüfungen betraf. Erstere Reihe hatte genau die gleiche Anordnung wie die seinerzeit auf Antrag des Vereins deutscher Eisenportlandzementwerke angestellten Versuche über die Gleichwertigkeit von Eisenportlandzement mit Portlandzement[1].

Nach den Arbeitsplänen sollten folgende Versuche durchgeführt werden.

Arbeitsplan A. Mörtelprüfungen.

1. Prüfung der Hochofenzemente sämtlicher dem Verein deutscher Hochofenzementwerke angehörigen Fabriken nach den Normen einschließlich Analyse und Bestimmung des Schlackengehaltes;

2. Bestimmung der allgemeinen Eigenschaften der zu verwendenden Zuschlagstoffe (Freienwalder Rohsand und Traß) einschl. Analyse des Trasses;

3. Ermittlung der Zug- und Druckfestigkeit der Mörtelmischungen aus:

a) 1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Freienwalder Rohsand,

b) 1 Rtl. Zement + 5 Rtl. Freienwalder Rohsand,

c) 1 Rtl. Zement + 7 Rtl. Freienwalder Rohsand

nach 7, 28 Tagen, 6 Monaten, 1 Jahr, 2, 5 und 10 Jahren Erhärtung; α) an der Luft im Zimmer, β) an der Luft

[1] Original: Zentralblatt d. Bauverwaltung, Bd. 16, Nr. 20, S. 242/44 (1926).

[1] Gary-Burchartz: „Prüfung von Eisenportlandzement in Vergleich zu Portlandzement", Mitteil. a. d. Materialprüfungsamt, Jahrgang 1909, Heft 5 bis 6 und 1912, Heft 3.

Digitized by Google

im Zimmer, jedoch vom 2. bis 7. Tage unter Wasser, γ) unter Wasser, den ersten Tag an der Luft;

d) 1 Gewtl. Zement + 5 Gewtl. Freienwalder Rohsand,

e) 1 Gewtl. Zement + 7 Gewtl. Freienwalder Rohsand

nach 28 Tagen, 6 Monaten und 2 und 5 Jahren Erhärtung; α) an der Luft im Zimmer, jedoch vom 2. bis 7. Tage unter Wasser, β) unter Wasser, den ersten Tag an der Luft;

4. Ermittlung der Zug- und Druckfestigkeit der Mörtelmischungen mit abgelagertem Zement, und zwar aus:

a) 1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Freienwalder Rohsand,

b) 1 Rtl. Zement + 5 Rtl. Freienwalder Rohsand,

nach 28 Tagen, 6 Monaten, 2 und 5 Jahren Erhärtung; α) an der Luft im Zimmer, vom 2. bis 7. Tage täglich einmal angefeuchtet[1], β) an der Luft im Zimmer, jedoch vom 2. bis 7. Tage unter Wasser, γ) unter Wasser, den ersten Tag an der Luft;

[1] Die Prüfung mit 5 Jahre alten Proben konnte wegen Mangels an Schmirgel nicht ausgeführt werden.

Tafel 1. Ergebnisse der Festigkeitsversuche mit Mörtel.

(Arbeitsplan A.)

Mittelwerte aus je zehn Einzelversuchen.

Mischung	Wasserzusatz %	Art der Erhärtung	Zugfestigkeit in kg/cm² nach 7 Tagen	28 Tagen	6 Mon.	1 Jahr	2 Jahren	5 Jahren	10 Jahren	Druckfestigkeit in kg/cm² nach 7 Tagen	28 Tagen	6 Mon.	1 Jahr	2 Jahren	5 Jahren	10 Jahren	Verhältnis 28 Tage	1 Jahr	Z Dr J
Zement C																			
1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Rohsand	7,5	kombiniert	—	44,8	62,1	63,5	63,3	62,0	77,7	—	488	611	628	633	668	773	1 : 10.9	1 : 9.9	
		Wasser	28,2	36,6	47,4	48,4	50,3	54,7	54,8	302	430	555	577	631	642	803	1 : 11.7	1 : 11.9	
1 Rtl. Zement + 5 Rtl. Rohsand	6,5	kombiniert	—	22,1	26,2	27,1	27,4	27,1	28,9	—	147	207	221	235	247	268	1 : 6.7	1 : 8.2	
		Wasser	11,4	16,7	22,0	26,0	24,9	25,5	26,2	69	113	157	166	182	202	237	1 : 6.8	1 : 6.4	
		Luft*	12,6	20,6	24,2	24,7	24,9	25,7	26,5	77	134	181	208	204	208	231	1 : 6.5	1 : 8.4	
1 Rtl. Zement + 7 Rtl. Rohsand	5,75	kombiniert	—	12,5	15,6	15,6	15,7	16,3	17,5	—	90	119	119	126	127	128	1 : 7.2	1 : 7.6	
		Wasser	7,8	12,3	16,0	17,7	19,6	21,4	21,5	39	62	88	91	95	101	113	1 : 5.0	1 : 5.1	
		Luft*	10,5	16,5	16,5	16,3	18,0	17,1	20,4	49	89	112	117	118	129	130	1 : 5.4	1 : 7.2	
1 Gewtl. Zement + 5 Gewtl. Rohsand	6,75	kombiniert	—	30,8	34,7	33,3	38,1	39,8	40,2	—	211	285	303	319	377	400	1 : 6.9	1 : 9.1	
		Wasser	—	22,1	28,5	28,7	31,6	33,0	33,2	—	167	236	244	262	296	337	1 : 7.6	1 : 8.5	
1 Gewtl. Zement + 7 Gewtl. Rohsand	6,0	kombiniert	—	19,5	24,1	22,9	23,3	26,1	26,2	—	133	172	177	174	201	211	1 : 6.8	1 : 7.7	
		Wasser	—	15,4	21,9	21,0	23,0	23,3	23,5	—	92	127	129	130	158	175	1 : 6.0	1 : 6.1	
1 Rtl. Gemisch a. 70 Rtl. Zement + 30 Rtl. Traß + 2 Rtl. Rohsand	7,5	kombiniert	—	39,4	55,8	60,0	63,3	78,1	—	—	381	471	509	492	554	—	1 : 9.7	1 : 8.5	
		Wasser	26,3	39,7	46,5	46,1	49,5	54,2	—	222	332	377	391	410	446	—	1 : 8.4	1 : 8.5	
Zement F																			
1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Rohsand	7,0	kombiniert	—	51,6	54,6	64,6	67,2	64,9	80,5	—	580	662	667	654	709	783	1 : 11.2	1 : 10.3	
		Wasser	38,8	48,3	53,0	56,8	55,8	64,1	61,2	400	530	627	649	691	714	779	1 : 11.0	1 : 11.4	
1 Rtl. Zement + 5 Rtl. Rohsand	6,0	kombiniert	—	22,6	31,6	30,0	33,2	31,4	33,8	—	170	241	250	263	276	292	1 : 7.5	1 : 8.3	
		Wasser	15,2	18,9	22,0	25,4	29,5	28,6	28,6	94	144	186	200	207	227	275	1 : 7.6	1 : 7.9	
		Luft*	14,2	22,1	25,5	29,0	28,5	29,6	32,9	92	160	210	214	230	239	261	1 : 7.2	1 : 7.4	
1 Rtl. Zement + 7 Rtl. Rohsand	5,25	kombiniert	—	13,5	18,3	17,3	18,7	17,3	19,3	—	99	132	131	132	138	145	1 : 7.3	1 : 7.6	
		Wasser	9,5	11,4	17,5	17,0	17,1	17,9	19,7	50	78	95	106	115	120	123	1 : 6.8	1 : 6.2	
		Luft*	9,7	14,3	17,3	18,6	18,0	17,3	20,4	57	97	126	129	126	134	143	1 : 6.8	1 : 6.9	
1 Gewtl. Zement + 5 Gewtl. Rohsand	6,25	kombiniert	—	27,9	46,1	48,1	46,6	47,1	51,7	—	261	364	373	399	452	509	1 : 9.4	1 : 7.8	
		Wasser	—	24,8	31,4	32,9	36,9	39,7	40,8	—	211	262	299	324	355	428	1 : 8.5	1 : 9.1	
1 Gewtl. Zement + 7 Gewtl. Rohsand	5,5	kombiniert	—	20,9	29,3	33,4	30,7	34,3	35,2	—	162	228	236	250	261	270	1 : 7.8	1 : 7.1	
		Wasser	—	15,8	21,1	22,7	24,0	27,7	26,5	—	118	150	161	164	192	227	1 : 7.5	1 : 7.1	
1 Rtl. Gemisch a. 70 Rtl. Zement + 30 Rtl. Traß + 2 Rtl. Rohsand	7,5	kombiniert	—	41,5	53,2	59,1	61,0	85,0	—	—	476	559	582	574	675	—	1 : 11.5	1 : 9.8	
		Wasser	27,4	37,8	44,1	48,1	48,1	51,0	—	297	434	481	505	512	581	—	1 : 11.5	1 : 10.8	

* Die Proben wurden vom 2. bis 8. Tage täglich einmal angefeuchtet.

Digitized by Google

Tafel 2. Ergebnisse der Versuche auf Längenänderung.

(Arbeitsplan A.)

Mittelwerte aus je drei Einzelversuchen.

Mischung: 1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Freienwalder Rohsand (abgesiebt). Gesamte Längenänderung.

Art der Lagerung	1 Tag Luft, 6 Tage Wasser, dann Luft							1 Tag Luft, dann Wasser						
Zementmarke	Längenänderung in $^1/_{1000}$ mm, bezogen auf die Länge nach 48 Stunden nach													
	7 Tagen	28 Tagen	6 Mon.	1 Jahr	2 Jahren	5 Jahren	10 Jahren	7 Tagen	28 Tagen	6 Mon.	1 Jahr	2 Jahren	5 Jahren	10 Jahren
C	+7	—32	—54	—66	—64	—50	—33	+8	+13	+28	+31	+ 3	+54	+81
F	+7	—32	—58	—71	—70	—58	—39	+7	+13	+ 3	+31	+31	+53	+94

Änderung zwischen je zwei Altersklassen.

Art der Lagerung	1 Tag Luft, 6 Tage Wasser, dann Luft							1 Tag Luft, dann Wasser						
Zementmarke	Unterschiede der Längenabmessungen zwischen je zwei Altersklassen in $^1/_{1000}$ mm													
	48 Std. bis 7 Tage	7 Tage bis 28 Tage	28 Tage bis 6 Mon.	6 Mon. bis 1 Jahr	1 Jahr bis 2 Jahre	2 Jahre bis 5 Jahre	5 Jahre bis 10 Jahre	48 Std. bis 7 Tage	7 Tage bis 28 Tage	28 Tage bis 6 Mon.	6 Mon. bis 1 Jahr	1 Jahr bis 2 Jahre	2 Jahre bis 5 Jahre	5 Jahre bis 10 Jahre
C	+7	—39	—22	—12	+2	+14	+17	+8	+5	+15	+3	+5	+18	+27
F	+7	—39	—26	—13	+1	+12	+18	+7	+6	+20	—2	+0	+22	+41

Tafel 3. Ergebnisse der Prüfung auf Abnutzbarkeit[1].

(Arbeitsplan A.)

Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen.

Mischung: 1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Freienwalder Rohsand (abgesiebt).

Lagerung: 1 Tag an der Luft, 6 Tage unter Wasser, dann Luft.

Zement		Mittleres Raumgewicht in g/cm³ nach							Mittlerer Materialverlust in g und g/cm³ [2] nach						
Art	Marke	7 Tagen	28 Tagen	6 Monaten	1 Jahr	2 Jahren	5 Jahren	10 Jahren	7 Tagen	28 Tagen	6 Monaten	1 Jahr	2 Jahren	5 Jahren	10 Jahren
Hochofenzement	C	2,310	2,292	2,276	2,258	2,221	—	2,292	68,9 29,8	43,7 19,1	32,2 14,2	26,5 11,7	26,8 12,1	—	21,0 9,2
	F	2,315	2,300	2,302	2,275	2,290	—	2,305	58,3 25,2	36,1 15,7	27,6 12,0	22,7 10,0	22,0 9,7	—	20,1 8,7
Eisenportlandzement[3]	B	2,234	2,238	2,216	2,216	2,188	2,223	—	40,5 18,1	30,7 13,7	23,0 10,4	29,1 13,2	19,8 9,1	31,4 14,2	—
	D	2,307	2,265	2,238	2,224	2,215	2,254	—	39,0 16,9	30,4 13,4	23,7 10,6	26,9 12,1	20,2 9,0	30,1 13,4	—
Portlandzement[3]	G	2,288	2,270	2,274	2,236	2,247	2,262	—	44,1 19,3	30,8 13,6	20,0 8,8	24,5 11,0	17,8 8,0	26,2 11,6	—
	H	2,270	2,225	2,214	2,189	2,162	2,223	—	50,9 22,5	33,1 14,9	30,1 13,6	33,2 15,2	28,5 13,2	37,4 16,8	—

c) 1 Gewtl. Zement + 5 Gewtl. Freienwalder Rohsand nach 28 Tagen, 6 Monaten, 1 und 2 Jahren Erhärtung; α) an der Luft im Zimmer, jedoch vom 2. bis 7. Tage unter Wasser, β) unter Wasser, den ersten Tag an der Luft;

5. Bestimmung der Längenänderung der Mörtelmischung aus 1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Freienwalder Rohsand nach 24 und 48 Stunden, 7, 28 Tagen, 6 Monaten, 1 Jahr, 2 und 5 Jahren Erhärtung an der Luft, jedoch vom 2. bis 7. Tage unter Wasser;

6. Bestimmung der Abnutzbarkeit durch Schleifversuche des Mörtels aus 1 Rtl. Zement + 2 Rtl. Freienwalder Rohsand, abgesiebt nach 7 und 28 Tagen, 6 Monaten, 1 Jahr und 2 Jahren;

7. Putzversuche mit reinem Zement und Mörtel aus 1 Rtl. Zement + 5 Rtl. Freienwalder Rohsand;

8. Ermittlung der Druckfestigkeit von Mauerwerkskörpern, hergestellt aus Ziegelsteinen in Mörtel aus:

a) 1 Rtl. Zement + 5 Rtl. Freienwalder Rohsand,

b) 70 Rtl. Zement + 30 Rtl. Trass + 500 Rtl. Freienwalder Rohsand nach 5 Jahren Lagerung α) in Wasser (mit den beiden unteren Schichten), β) an der Luft, beidemal im Freien.

Die Versuche unter 3. bis 8. sollten mit nur zwei Zementen, und zwar denjenigen, die sich nach dem Er-

[1] Die Prüfung mit 5 Jahre alten Proben konnte wegen Mangels an Schmirgel nicht ausgeführt werden.

[2] Die über dem Strich stehenden Werte sind die Materialverluste nach Gewicht (in Gramm), die unter dem Strich stehenden die Verluste nach Rauminhalt (in Kubikzentimetern), berechnet aus dem Quotienten

$$\frac{\text{Materialverlust in g}}{\text{Raumgewicht in g/cm}^3}.$$

[3] Um eine Beurteilung der für die Hochofenzemente gefundenen Abnutzungswerte zu ermöglichen, sind als Vergleichsmaßstab die bei den seinerzeit mit Portlandzementen und Eisenportlandzementen ausgeführten vergleichenden Abnutzungsversuchen gewonnenen Zahlenwerte angefügt.

Digitized by Google

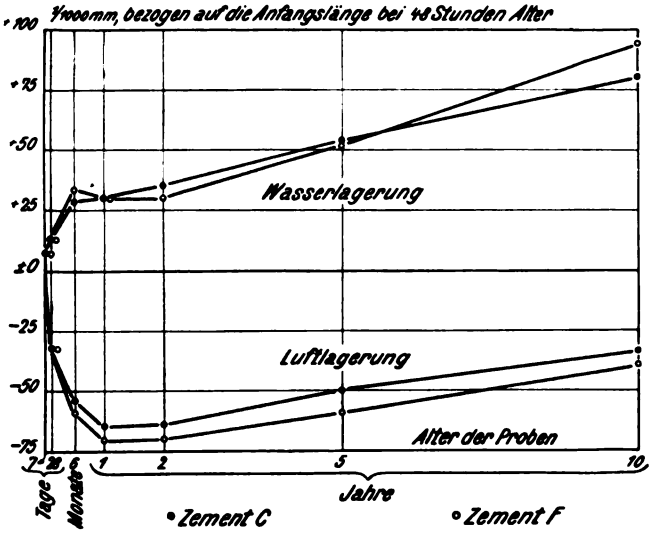


Abb. 1. Darstellung der Ergebnisse der Versuche auf Längenänderung nach Tafel 2.

Tafel 4.

Ergebnisse der Druckversuche mit Beton.

(Arbeitsplan B.)

Mittelwerte aus je drei Einzelversuchen.

Art der Erhärtung: An der Luft; vom 2. bis 7. Tage täglich einmal angefeuchtet.

Zementmarke		Mischung Gewtl.	Wasserzusatz %	Druckfestigkeit in kg/cm² nach 28 Tagen	6 Mon.	1 Jahr	2½ Jahren	10 Jahren
Hochofenzement	C	1:4 erdfeucht	6,7	344	402	425	477	510
		1:4 weich	9,2	241[1]	268[1]	295[1]	330[1]	402[1]
		1:8 erdfeucht	5,6	222	266	291	316	337
		1:12erdfeucht	4,8	128	166	192	216	300
	F	1:4 erdfeucht	6,6	391	419	477	491	508
		1:4 weich	9,2	256[2]	279[1]	309[1]	343[1]	428[4]
		1:8 erdfeucht	5,5	283	307	356	354	451
		1:12erdfeucht	4,7	182	218	252	271	335
Eisenportlandzement	H	1:4 erdfeucht	6,5	312	362	411	447	534
		1:4 weich	9,1	182[1]	243[1]	281[1]	299[1]	386[5]
		1:8 erdfeucht	5,5	219	286	309	367	447
		1:12erdfeucht	4,7	137	171	213	232	362
	G	1:4 erdfeucht	6,6	428	466	545	525	532
		1:4 weich	9,2	318[1]	363[1]	389[1]	415[1]	465[1]
		1:8 erdfeucht	5,5	286	340	376	366	388
		1:12erdfeucht	4,7	189	215	245	264	287
Portlandzement	K	1:4 erdfeucht	6,5	372	388	465	494	501
		1:4 weich	9,0	273[1]	304[1]	336[3]	375[1]	427[1]
		1:8 erdfeucht	5,2	248	308	337	389	438
		1:12erdfeucht	4,5	154	202	229	255	344
	J	1:4 erdfeucht	6,6	347	408	471	496	536
		1:4 weich	9,2	273[1]	310[1]	337[1]	373[1]	467[1]
		1:8 erdfeucht	5,3	271	316	344	363	439
		1:12erdfeucht	4,7	170	230	221	232	340

[1] Die Eisen waren rostfrei.

[2] Die Eisen mit Walzhaut zeigten ganz geringe Rostspuren. Die Eisen ohne Walzhaut waren rostfrei.

[3] Die Eisen mit Walzhaut zeigten ganz geringe Rostspuren. Von den Eisen ohne Walzhaut zeigten zwei je einen Rostfleck, die übrigen Eisen waren rostfrei.

[4] Die Eisen mit und ohne Walzhaut waren zum größten Teil rostfrei; einige Eisen zeigten Rostspuren und größere Rostflecke.

[5] Die Eisen ohne Walzhaut waren rostfrei. Die Eisen mit Walzhaut waren zum größten Teil rostfrei, einige Eisen zeigten geringe Rostspuren, andere größere Rostflecke.

gebnis der Normenprüfung als schlechtester und bester erwiesen hatten, ausgeführt werden.

Arbeitsplan B. Betonprüfungen.

1. Prüfung der zu verwendenden Zemente (zwei Hochofenzemente, zwei Eisenportlandzemente, zwei Portlandzemente) nach den Normen einschließlich Analyse und Bestimmung des Schlackengehaltes;

2. Ermittlung der Druckfestigkeit der Betonmischungen aus:

a) 1 Rtl. Zement + 4 Rtl. Kiessand, α) erdfeucht angemacht, β) weich angemacht;

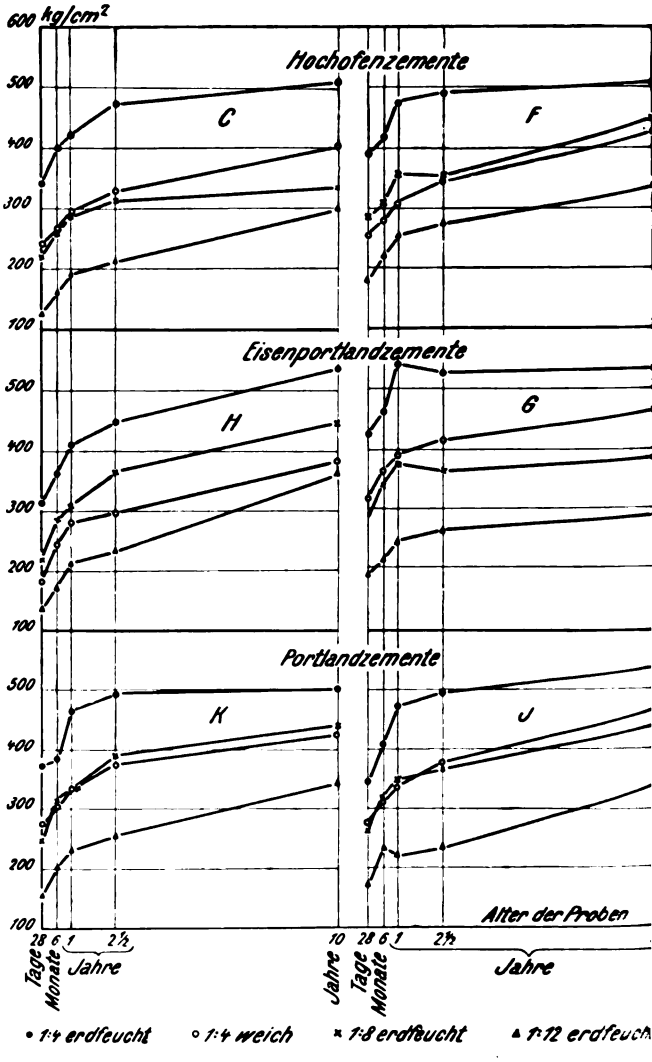


Abb. 2. Darstellung der Ergebnisse der Druckversuche mit Beton nach Tafel 4.

b) 1 Rtl. Zement + 8 Rtl. Kiessand, erdfeucht angemacht,

c) 1 Rtl. Zement + 12 Rtl. Kiessand, erdfeucht angemacht, nach 28 Tagen, 6 Monaten, 1 Jahr, 5 und 10 Jahren Erhärtung an der Luft im Zimmer, vom 2. bis 7. Tage täglich einmal angefeuchtet, an Würfeln von 30 cm Kantenlänge.

Als Hochofenzemente sollten wie für die Hauptversuche (Reihe A) die beiden auf Grund der Ergebnisse der Normenprüfung als schlechtester und bester angesehenen Zementmarken benutzt werden. Die übrigen Zemente sollten nach freier Wahl des Amtes entweder den Fabrikbeständen entnommen oder aus dem Handel

Digitized by Google

beschafft werden. Als Zuschlagstoff sollte Kiessand nach freier Wahl des Amtes verwendet werden.

In die aus weich angemachtem Beton herzustellenden Probekörper der Mischung 1:4 sollten Rundeisenstücke von 2 cm Durchmesser und 5 cm Länge, und zwar je drei mit und je drei ohne Walzhaut, eingelegt werden.

Auf Antrag des Vereins deutscher Hochofenzementwerke wurden später mit Genehmigung des Ministers die für die 5-Jahresprüfung bestimmten Probekörper bereits im Alter von $2^1/_2$ Jahren geprüft.

Die Versuche wurden gemäß diesen beiden Plänen im Materialprüfungsamt eingeleitet und zunächst bis zum Ablauf der 5-Jahresprüfungen durchgeführt. Die Art und Weise der Versuchsausführung darf als bekannt vorausgesetzt werden. Nur hinsichtlich der Längenänderung und Abnutzbarkeit sei bemerkt, daß erstere nach dem Verfahren Bauschinger, letztere (durch Schleifversuche) nach dem Verfahren Böhme bestimmt wurde. Über diese Ergebnisse ist in den „Mitteilungen aus dem Materialprüfungsamt", Jahrgang 1920, berichtet[1].

Die Versuchsergebnisse, die nach Abschluß der 2-Jahresprüfungen vorlagen, unterlagen der Beschlußfassung einer am 13. August 1917 stattgehabten Sitzung, an der Vertreter folgender Behörden und Vereine teilnahmen:

1. des Ministeriums der öffentlichen Arbeiten,
2. des Kriegsministeriums,
3. des Ministeriums für Landwirtschaft, Domänen und Forsten,
4. des Ministeriums der geistlichen und Unterrichtsangelegenheiten (Materialprüfungsamt Lichterfelde),
5. des Reichsmarineamts,
6. des Reichsamts für die Verwaltung der Reichseisenbahnen,
7. des Ingenieurkomitees,
8. des Vereins deutscher Hochofenzementwerke,
9. des deutschen Betonvereins,
10. des Vereins deutscher Portlandzementfabrikanten
11. des Vereins deutscher Eisenportlandzementwerke.

Die Erörterung der Frage über den vom Verein deutscher Hochofenzementwerke gestellten Antrag, auch den Hochofenzement in ähnlicher Weise wie den Eisenportlandzement als gleichwertig anzuerkennen, führte zu folgendem Beschluß:

„Auf Grund der bisher vorliegenden Versuchsergebnisse und nach Besichtigung von Eisenbetonbauten, die unter Verwendung von Hochofenzement hergestellt waren, kann wenig abgelagerter Hochofenzement im allgemeinen als gleichwertig mit Portland- und Eisenportlandzement bezeichnet werden. Dabei wird vorausgesetzt, daß der Hochofenzement den heute festgesetzten „deutschen Normen für einheitliche Lieferung und Prüfung von Hochofenzement" entspricht, und daß das Werk, dem er entstammt, dem Verein deutscher Hochofenzementwerke angehört, oder sich in gleicher Weise wie die dem Verein angehörigen Werke dessen regel-

[1] Burchartz: Versuche mit Hochofenzement, Mitteilungen aus dem staatl. Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem 1920, Heft 2 bis 3, S. 164f.

Tafel 5. Ergebnisse der Normenprüfung der Zemente. (Arbeitsplan B.)

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15				16	17	18	19	20	21	22
Zementmarke		Spezifisches Gewicht bei der Anlieferung	Gewicht für 1 Hektoliter	Gewicht für 1 Liter		Wasser		300 g Zement, mit der in Spalte 8 angegebenen Wassermenge angemacht		Während der Bestimmung der Bindezeit betrug im Durchschnitt die			Raumbeständigkeit nach den Normen	Siebrückstände in % auf den Sieben mit der übergeschriebenen Anzahl Maschen cm²				Wasserzusatz	1 Gewichtsteil Zement und 3 Gewichtsteile Normensand						
																			Wasserlagerung					Kombin. Lagerung
				eingelaufen Rl	eingerüttelt Rr	sirupartige Beschaffenheit	für die Bindeprobe	a) Erhärtungsbeginn b) Abbindezeit	Wärmeerhöhung	Wärme der Luft	Wärme des Wassers	Luftfeuchtigkeit		5000	900	600	324	240	Zugproben. Zerreißquerschnitt = 5 cm² Raumgewicht nach 24 St.	Zugproben. Zerreißquerschnitt = 5 cm² Zugfestigkeit nach 7 Tagen	Gedrückte Fläche = 50 cm² Raumgewicht nach 24 St.	Druckproben Gedrückte Fläche = 50 cm² Druckfestigkeit nach 7 Tagen	Druckproben Gedrückte Fläche = 50 cm² Druckfestigkeit nach 28 Tagen	Druckfestigkeit nach 28 Tagen
		kg	kg	kg	kg	%	%	St	°	°	°	%									g/cm³	kg/cm²	g/cm³	kg/cm²	kg/cm²	kg/cm²
Hochofenzement	C	3,015	130	1,201	1,975	34,0	26,0	a) 5 b) 11	0,4	17,5	17,0	63	bestanden	9,8	0,4	0,4	0,2	0,1	8,25	2,329	19,6	2,248	165	266	314
	F	3,030	128	1,153	1,978	33,5	25,0	a) $5^1/_2$ b) 8	2,3	17,3	17,0	63	„	5,7	0,1	0,1	0,0	—	8,25	2,329	26,2	2,254	247	374	410
Eisenportlandzement	H	2,994	126	1,081	1,844	35,5	27,5	a) $4^3/_4$ b) $8^1/_2$	3,7	17,0	17,0	70	„	14,3	0,8	0,7	0,1	0,0	8,5	2,314	15,6	2,239	155	265	298
	G	3,109	133	1,158	1,958	32,0	25,0	a) 7 b) $12^1/_4$	0,8	17,2	17,0	70	„	13,3	0,2	0,2	0,1	0,0	8,25	2,314	19,7	2,237	245	479	458
Portlandzement	K	3,143	132	1,185	1,983	32,0	24,5	a) 7 b) $11^1/_2$	1,0	17,2	17,0	70	„	20,2	0,3	0,3	0,0	—	8,0	2,314	17,6	2,228	217	307	339
	J	3,190	131	1,165	1,965	33,5	26,0	a) $4^1/_2$ b) 11	0,6	16,7	17,0	66	„	19,2	1,4	1,3	0,1	0,0	8,25	2,300	21,0	2,237	208	322	351

Digitized by Google

mäßiger Kontrolle unterwirft. Nach Ablauf von 5 Jahren ist die Frage erneut zu erörtern."

Diesem Beschluß trat der Minister der öffentlichen Arbeiten mit dem Erlaß vom 22. November 1917 bei (s. 1917 d. Bl., S. 605), erkannte damit die von dem Verein deutscher Hochofenzementwerke aufgestellten „Deutschen Normen für einheitliche Lieferung und Prüfung vom Hochofenzement" an und verfügte, daß Hochofenzement, der den darin festgelegten Bedingungen entspricht, im allgemeinen als dem Portland- und Eisenportlandzement gleichwertig erachtet und auch zur Herstellung von Eisenbetonbauten verwendet werden kann.

Im Jahre 1925 wurden die in den Arbeitsplänen vorgesehenen 10-Jahresprüfungen durchgeführt, und damit waren sämtliche nach den Arbeitsplänen vorzunehmenden Versuche abgeschlossen.

Mit Erlaß des Reichsverkehrsministers vom 7. Januar 1926 ist die Veröffentlichung der Ergebnisse genehmigt. Ebenso haben die drei Zementverbände (der Verein deutscher Portlandzementfabrikanten, der Verein deutscher Eisenportlandzementwerke, der Verein deutscher Hochofenzementwerke) der Veröffentlichung zugestimmt.

Tafel 1 enthält die Ergebnisse der Festigkeitsversuche mit Mörtel, Tafel 2 die Ergebnisse der Bestimmung der Längenänderung, Tafel 3 die Ergebnisse der Prüfung von Mörtel auf Abnutzbarkeit und Tafel 4 die Ergebnisse der Druckversuche mit Beton.

Da die Ergebnisse der Versuche mit den 10 Jahre alten Proben allein unverständlich wären und keinen Wert hätten, sind ihnen die Ergebnisse der bei den vorangegebenen Altersstufen ausgeführten Prüfungen beigegeben. Sämtliche Werte sind Mittelwerte aus einer mehr oder minder großen Zahl von Einzelversuchen in jeder Reihe (meist von 5, bei den Zug- und Druckfestigkeitsversuchen mit Mörtel 5 bis 10, bei den Druckversuchen mit Beton 3 bis 5). Es sei jedoch bemerkt, daß die Einzelwerte in jeder Reihe derart gute Übereinstimmung zeigen, daß eine durchaus genügende Zuverlässigkeit der Durchschnittswerte gewährleistet ist.

Zur besseren Übersicht sind die Ergebnisse der Prüfung auf Längenänderung und die der Druckversuche mit Beton in den Abb. 1 und 2 zeichnerisch dargestellt.

Zur Kennzeichnung der zu den Versuchen mit Beton benutzten Zemente sind die Ergebnisse der Normenprüfung dieser Zemente in Tafel 5 wiedergegeben.

Die Ergebnisse sind bestimmungsgemäß ohne irgendwelche Erläuterungen bekanntgegeben; sie dürften auch ohne eine solche verständlich sein.

Über die Erkennung von Hochofenschlacke in Zementen[1].

Von **H. W. Gonell.**

In zahlreichen Fällen der Praxis und insbesondere in den Prüfungsämtern und an anderen Stellen, die sich mit der Prüfung von Zementen befassen, ist es wichtig, möglichst rasch und sicher feststellen zu können, ob ein Zement einen Zusatz von Hochofenschlacke enthält.

Bei Mischzementen, die neben Portlandzement viel Schlacke[2] enthalten, bietet der Nachweis keine Schwierigkeit. Ein Erkennungszeichen ist zum Unterschied von reinem Portlandzement schon die hellere Farbe des Mehles. Ferner sind im Mikroskop die hellen, meist glasigen Schlackenkörner deutlich neben den Klinkerkörnern zu erkennen, soweit der für die Mischung verwendete Zement Portlandzement ist[3]. Chemisch ist hoher Schlackenzusatz am Sulfidschwefelgehalt und unter Umständen am Eisenoxydulgehalt nachweisbar.

Bedeutend schwieriger ist der Nachweis des Schlackenzusatzes in solchen Fällen, in denen der Zement nur wenige Prozent Schlacke enthält. Hier handelt es sich meist um Erzeugnisse, die durch den Schlackenzusatz verbessert werden sollen. Zu hoch im Kalk stehende Zemente, die ohne Zusatz von Schlacke zum Treiben neigen würden, werden durch die Schlacke erst verwendbar und, sofern es sich um nach den Normen erbrannte Zemente handelt, scheinbar normenmäßig gemacht. Aus demselben Grunde erhalten Naturzemente oft einen Schlackenzusatz. Farbe des Mehles, qualitative und quantitative Sulfidschwefelbestimmung geben hier keinen Anhalt für die Erkennung des Schlackengehaltes. Bei Zementen, die Schwachbrand enthalten, sowie bei Naturzementen ist auch der Versuch zur Abscheidung der Schlacke mittels Methylenjodid[1] unsicher, da diese stets Körner von gleichem spezifischen Gewicht wie Schlacke (2,7 bis 2,95) enthalten, die sich gleichzeitig abscheiden. Auch die mikroskopische Betrachtung führt meist nicht zu eindeutigen Schlüssen. Kristalline Bestandteile können nur mittels polarisierten Lichtes von Schlacken unterschieden werden. Da aber die Körner meist ziemlich dick sind und die Schlacke zuweilen Spannungsdoppelbrechung zeigt oder teilweise entglast ist, sind Täuschungen immerhin möglich. Am unsichersten ist die Unterscheidung der Schlackenkörner neben Naturzement- und Schwachbrandkörnern. Hier sind oft Bestandteile vorhanden, die große Ähnlichkeit mit Schlackenkörnern haben (vgl. Abb. 2 mit Abb. 9, sowie Abb. 11 und 12).

Es wurde daher versucht, die Schlacke auf Grund ihres Sulfidschwefelgehaltes von den anderen Körnern zu unterscheiden. Die Versuche ergaben, daß gekörnte Schlacken bei der Behandlung mit essigsaurer Bleiazetatlösung[2] infolge von Bleisulfidbildung eine intensive braune bis schwarze Färbung annehmen, die sie unter dem Mikroskop leicht erkennbar macht.

[1] Original: Zement 17, S. 437/43. 1928.

[2] Schlacke bedeutet im folgenden stets gekörnte (basische) Hochofenschlacke.

[3] Vgl. A. Guttmann: Stahleisen 36, 1138/40. 1916; Tonind.-Zg. 41, 227/28, 238/39. 1917.

[1] M. Gary und I. v. Wrochem: Mitt. aus dem kgl. Materialprüfungsamt 1905, S. 1—23.

[2] Die Lösung wurde bereitet aus zwei Teilen 5proz. Bleiazetatlösung + 1 Teil 50proz. Essigsäure.

Digitized by Google

Für die Versuche wurde in allen Fällen die Siebfraktion zwischen dem 900- und 10000-Maschensieb verwendet (60 bis 200 μ Korngröße). Die mikroskopische Beobachtung geschah bei 23facher Vergrößerung im schräg auffallenden Licht (etwa 45°) auf weißem Untergrund, da sich die Färbung bei dieser Anordnung am besten verfolgen läßt. In Abb. 1 und 2 ist eine Schlacke

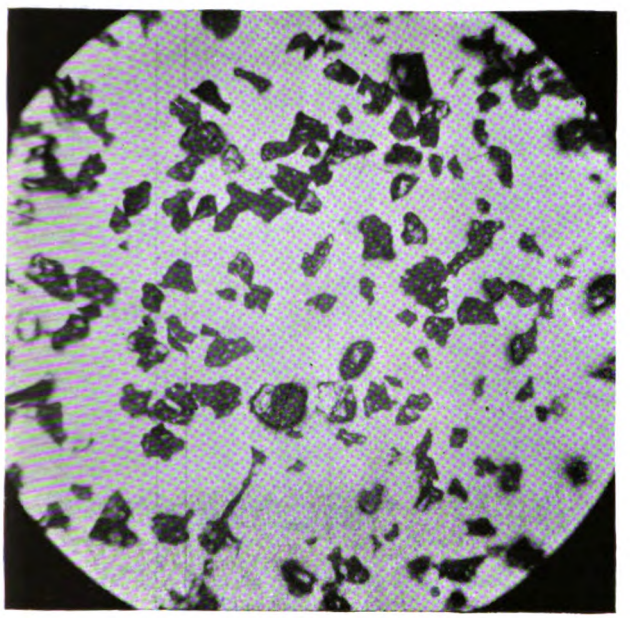


Abb. 1. Schlacke D, teilweise entglast, im durchfallenden Licht.

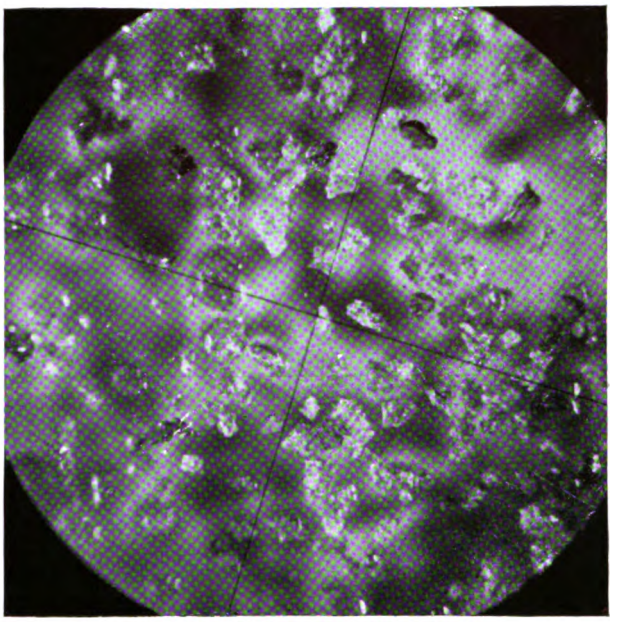


Abb. 2. Dieselbe im schräg auffallenden Licht.

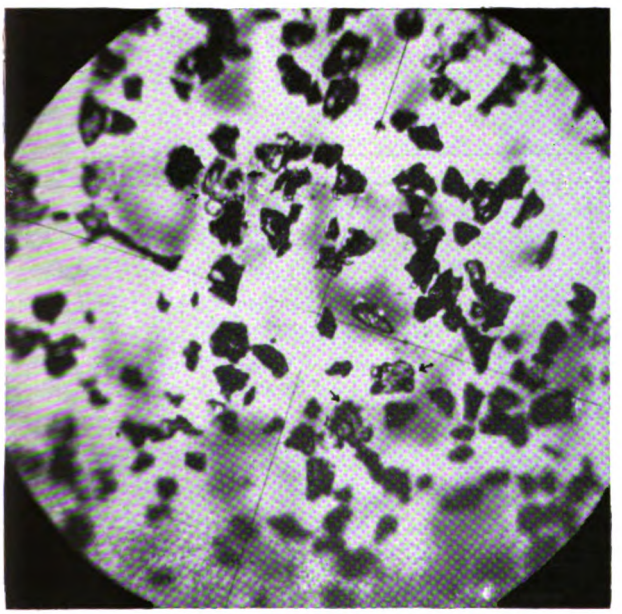


Abb. 3. Dieselbe mit Bleiazetatlösung behandelt nach 3 Min.

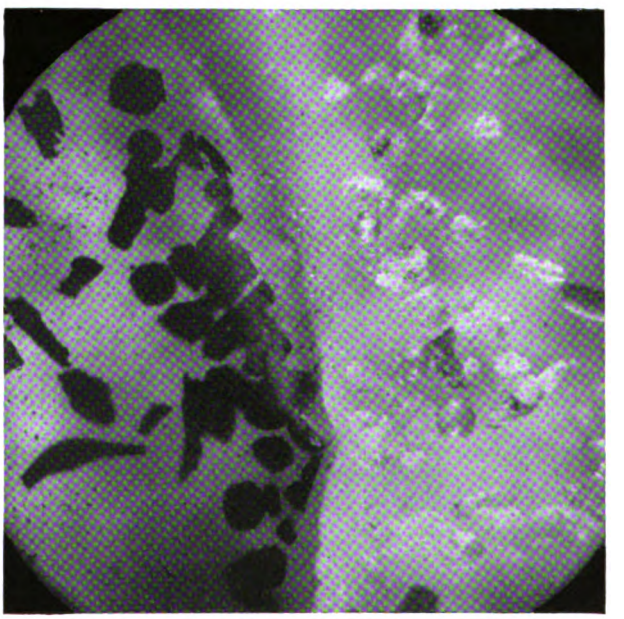


Abb. 4. Schlacke B. In der linken Hälfte des Gesichtsfeldes befindet sich ein Tropfen Bleiazetatlösung. Aufnahme unmittelbar nach dem Aufbringen des Tropfens.

im durchfallenden und im auffallenden[1] Licht abgebildet. Man sieht, daß die Eigenfarbe der Körner infolge ihrer verhältnismäßig großen Dicke im durchfallenden Licht bei weitem nicht so deutlich zum Ausdruck kommt wie im auffallenden. Alle übrigen Aufnahmen wurden daher im auffallenden Licht gemacht. Um die Körner auf dem Objektträger festzulegen, wurde auf diesen eine dünne Schicht von Kollolith[1] erzeugt. Während die Masse noch weich war (etwa 90° C), wurde der zu untersuchende Grieß darauf gestreut und haftete dann nach dem Abkühlen so fest, daß die Körner beim Aufbringen der Flüssigkeit keine Verschiebung erlitten. Die Kollolithschicht verursacht bei den photographischen Aufnahmen die scheinbaren „Höfe“ um die einzelnen Körner, die besonders bei den trocken aufgenommenen Präparaten bemerkbar sind, im übrigen aber die Beobachtung der Reaktion ebensowenig beeinträchtigen wie die Schatten der Körner.

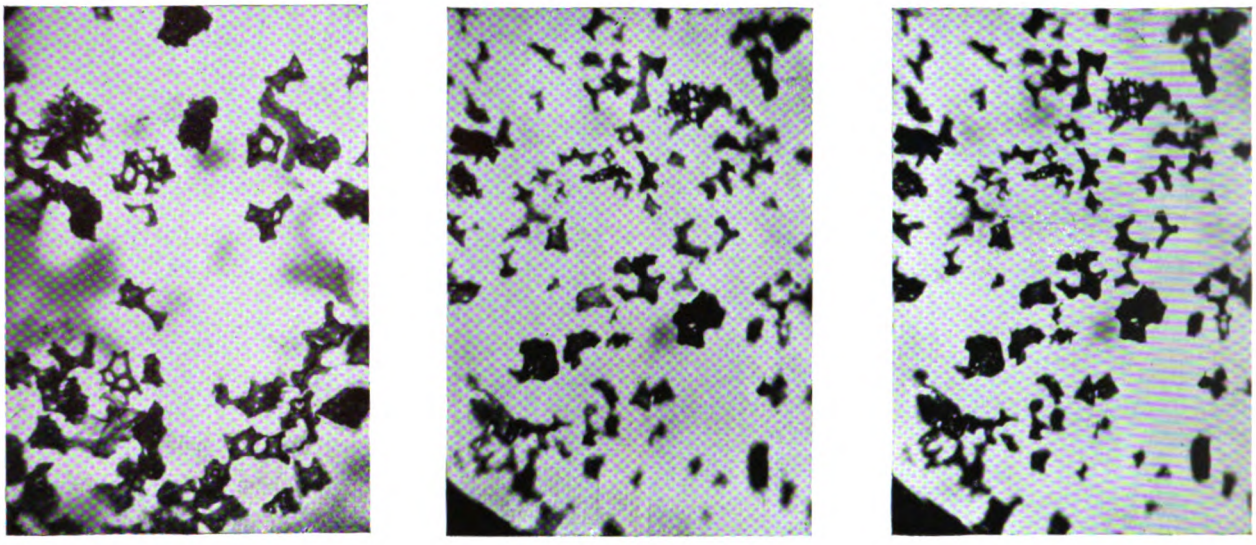
Die Färbung der Schlackenkörner unter dem Einfluß der essigsauren Bleiazetatlösung verläuft in charakteristischer, aber nicht in allen Fällen gleichartiger Weise.

[1] „Auffallendes Licht“ bedeutet im folgenden stets unter einem Winkel von etwa 45° auffallend, wobei sich der Objektträger auf einer weißen Unterlage befindet.

[1] Präparat von Voigt & Hochgesang, Göttingen.

Digitized by Google

Die Färbung setzt stets sofort ein. Am besten läßt sich die allmähliche Vertiefung der Färbung an rein glasigen Stücken verfolgen. Sie schreitet von gelblichbraun über kaffeebraun zu schwarzbraun und schwarz vor, so daß die Stücke schließlich undurchsichtig und nach dem Trocknen glänzend schwarz sind. Eine gleichmäßig durchfärbende Schlacke zeigt Abb. 4. Die Aufnahme ist am Rande eines Tropfens gemacht, so daß gefärbte und nicht gefärbte Körner nebeneinander sichtbar sind. Die runden Körner sind glasig, die übrigen zum Teil entglast. Alle färbten sich gleichmäßig schnell, daß zur Zeit der Aufnahme, 2 Min. nach dem Aufbringen der Bleiazetatlösung, schon völlige Undurchsichtigkeit eingetreten war. Ein andersartiger Verlauf der Anfärbung ist in Abb. 5a, b, c dargestellt. Hier handelt es sich um eine ausschließlich glasige Schlacke, die offenbar eine sehr rasche Abkühlung erfahren hat, worauf die zackige Form der Körner schließen läßt. Die Färbung beginnt hier an den scharfen Kanten und Spitzen, so daß die Umrisse anfangs sehr deutlich als braune bzw. schwarze Linien hervortreten, während die Körner sonst noch durchsichtig gelb bis braun gefärbt sind, wie auf der Abb. 5a, die nach der gleichen Einwirkungszeit, wie Abb. 4 aufgenommen wurde, erkennbar ist. Nach etwa 15 Min. sind alle Körner völlig braun bis schwarz durchgefärbt (Abb. 5c). Endlich kommt es auch vor, daß sich die Körner nicht gleichmäßig färben. Die Färbung beschränkt sich dann auf einzelne Flecken und Bänder, die sich stets scharf gegen die übrigen wenig oder gar nicht gefärbten Teile des Kornes absetzen. Solche Körner finden sich in der in den Abb. 1 bis 3 aufgenommenen Schlacke D. Drei charakteristische Stücke sind durch Pfeile bezeichnet. Die Anfärbung in scharf begrenzten, nicht den Rändern der Körner folgenden Linien zeigt Abb. 6 an einer anderen Schlacke. Nach einiger Zeit (15 bis 30 Min.) trat auch hier vollständige Durchfärbung der anfangs nur schwach gefärbten Partien ein. Eine fünfte untersuchte Schlacke färbte sich ähnlich wie die in Abb. 1 bis 3 veranschaulichte Schlacke D.



a b c

Abb. 5. Reinglasige Schlacke E. a) nach 2 Min., b) eine andere Probe nach 5 Min., c) die gleiche Probe wie b) nach 20 Min.

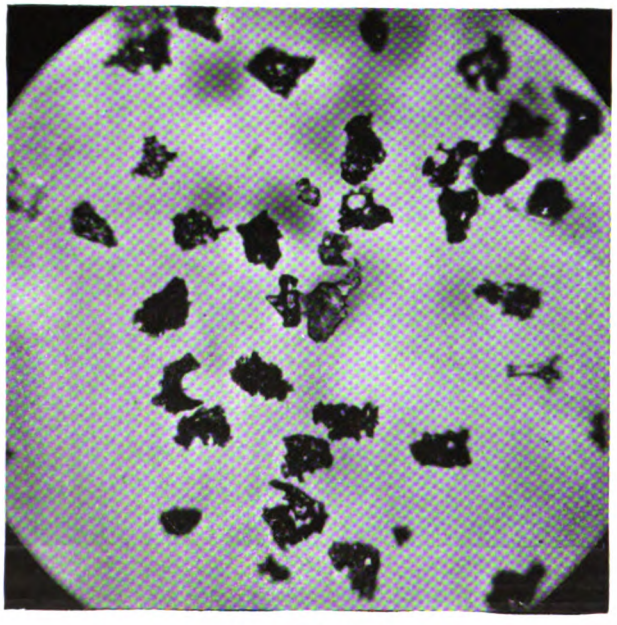


Abb. 6. Schlacke A.

Die fünf Schlackensande[1] waren ihrem makroskopischen Aussehen nach verschieden. Schlacke B (Abb. 4), luftgranuliert, bestand aus sehr harten, dunkelgrauen rundlichen Körnern. Die übrigen Schlacken waren wassergranuliert. Die reine glasige Schlacke E war fast weiß und schaumig. Die drei anderen waren ihrer physikalischen Beschaffenheit nach einander sehr ähnlich, nicht so locker und schaumig wie E und dementsprechend von etwas größerer Festigkeit. Sichtbare Unterschiede bestanden nur in der Farbe, indem die enthaltenen weißen, gelblichen, bräunlichen und grauen Körner jeweils in verschieden großer Anzahl vor-

[1] Die fünf Schlackensande wurden dem staatl. Materialprüfungsamt von Herrn Dr. Guttmann, Düsseldorf, in dankenswerter Weise zur Verfügung gestellt. Es handelt sich um typische Schlackensande der Eisenportlandzementindustrie. Diese Schlackensande verschiedenster Herkunft schienen daher für die grundlegenden Versuche sehr geeignet.

Digitized by Google

handen waren. Mikroskopisch boten alle fünf Sande ein ähnliches Bild, indem sie mit Ausnahme der rein durchsichtig glasigen Schlacke E auch mehr oder weniger opake bzw. entglaste Bestandteile enthielten. Die Anfärbung trat auch bei relativ geringem Sulfidschwefelgehalt zuverlässig ein. Z. B. enthielt eine Schlacke nur 0,9% S, eine Menge, die in hydraulischen Schlackensanden im allgemeinen mindestens erreicht, vielfach überschritten werden dürfte.

Nach diesen mehrfach wiederholten Versuchen schien es möglich, Schlackenkörner in Zementen auf Grund ihres vorstehend beschriebenen Verhaltens zu erkennen. Um die Zuverlässigkeit des Verfahrens nachzuprüfen, wurden die folgenden Untersuchungen an Portland-, Eisenportland-, Hochofen-, Natur- und Mischzementen verschiedener Art vorgenommen. Insgesamt wurden etwa 15 Zemente untersucht[1].

In normenmäßigen Portlandzementen wurden niemals helle Körner gefunden, die sich mit Bleiazetatlösung in der beschriebenen Weise färbten. In der Regel trat überhaupt keine Färbung der möglicherweise im gewöhnlichen Licht als Schlacke anzusprechenden Körner ein. Dagegen erfolgte bei Eisenportland- und Hochofenzementen sofort die charakteristische Anfärbung der glasigen und opaken weißen oder leicht gelblichen Körner. Nur vereinzelte kristalline Stücke bleiben ungefärbt und sind demnach nicht als Schlacke anzusprechen. In den Abb. 7 und 8, die die Färbung eines Eisenportlandzementes zeigen, sind mehrere Körner zu sehen, die sich in der vorerwähnten Weise nur teilweise angefärbt haben (im Bild mit „1" bezeichnet). An den schon an sich dunkel gefärbten Klinkerkörnern ist keine Veränderung wahrzunehmen.

Anders sind die Erscheinungen bei Schwachbrand und Naturzementen, deren Korn von Natur hell gefärbt ist und sich oft durch sein kalkiges Aussehen von Schlacken unterscheiden läßt. Daß jedoch ohne Färbung Verwechslungen von Schlacke mit Schwachbrand oder dgl. leicht vorkommen können, zeigt ein Vergleich der Abb. 2 und 9. Durch Bleiazetatlösung färben sich fast alle Körner des Schwachbrandes schwach gelbbraun an, während zugleich kleine und kleinste dunkelbraune bis schwarze Punkte auftreten, und zwar ziemlich gleichmäßig über die ganze Oberfläche verteilt. Dasselbe Bild bieten die feineren Körner des Portlandklinkers, die durchsichtiger sind als die gewöhnlich für die Versuche benutzt grobkörnige Fraktion. Auch nach langer Zeit (30 bis 60 Min.) erfolgt keine vollständige Färbung. Das der Abb. 10 entsprechende Bild bleibt erhalten. Durch sehr dichtes Aneinanderliegen der färbbaren Punkte kann bei einzelnen Körnern der Anschein erweckt werden, als ob sie in größeren Flächen oder ganz gefärbt seien. Doch beginnt die Färbung stets in punktförmigen Stellen, und auch nach längerer Einwirkung sind bei genauerer Betrachtung auf den gefärbten Flächen dunklere Punkte erkennbar. Die Begrenzung der gefärbten Teile ist niemals scharf, wie bei Schlacke, wie an den mit „1" bezeichneten Körnern in Abb. 10 deutlich erkennbar ist[1]. Oft wird die Unterscheidung noch dadurch erleichtert, daß die Schlackenkörner in

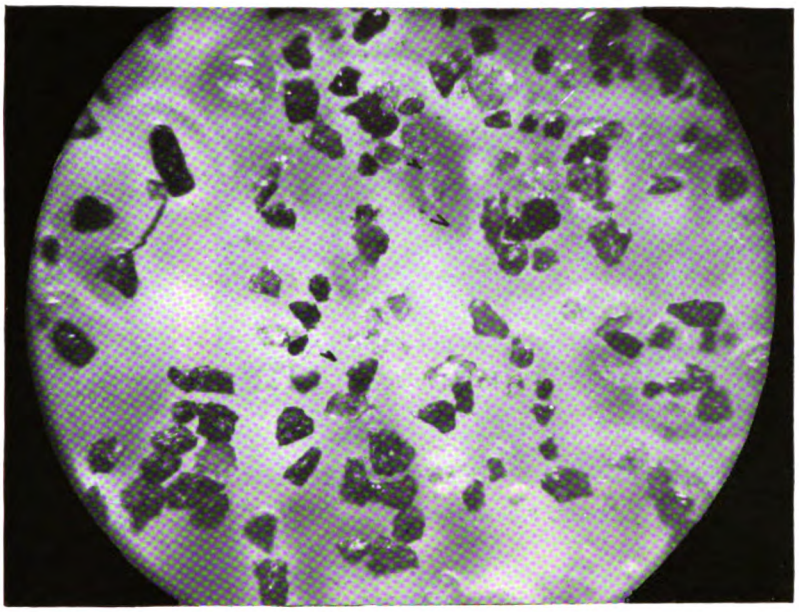


Abb. 7. Eisenportlandzement.

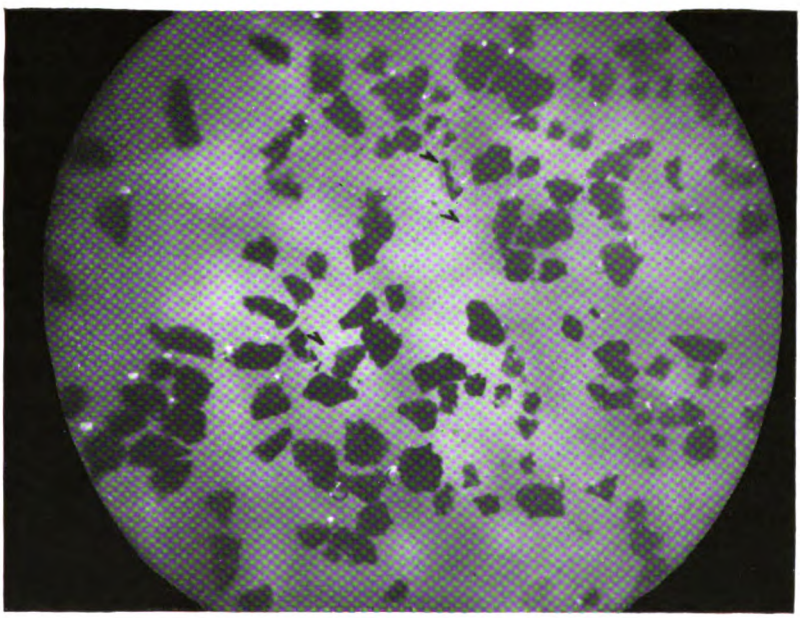


Abb. 8. Eisenportlandzement mit Bleiazetatlösung behandelt.

[1] In dem seit Erscheinen der Originalarbeit verstrichenen Jahr hat sich das Verfahren an einer weiteren großen Anzahl von Fällen bewährt.

[1] Die scharfe Begrenzung des mit „2" bezeichneten dunklen Kornes der Abb. 10 ist nur scheinbar und durch die ungenügende Randschärfe des Okulars bedingt.

Digitized by Google

der sauren Lösung scharfkantig bleiben und nur in geringem Maße Gas (Schwefelwasserstoff) in kleinen Bläschen abgeben, während die kalkreicheren Zementkörner

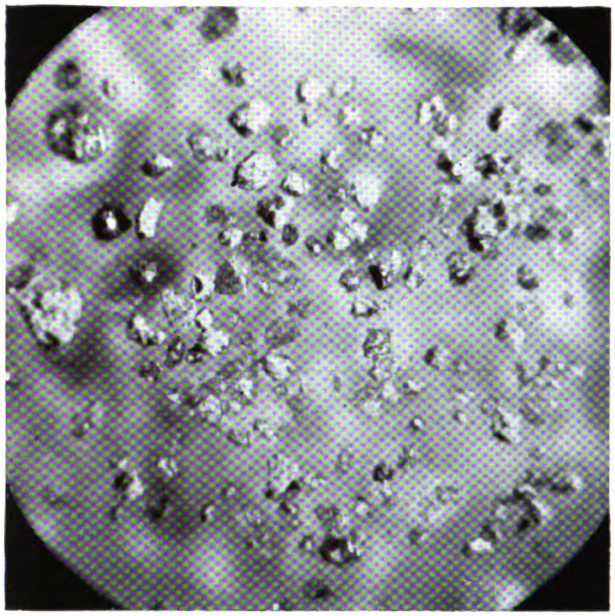


Abb. 9. Schwachbrand.

in der Regel rasch unter Blasenentwicklung (CO_2) angegriffen werden und eine flockige Oberfläche erhalten (vgl. Abb. 10, 12, 13).

Die Erklärung für die vollständige Durchfärbung der Schlackenkörner im Unterschied von der punktförmigen oder nur ganz schwachen Anfärbung von Klinkerkörnern usw. dürfte darin zu suchen sein, daß in der glasig erstarrten Schlacke die sulfidischen Anteile

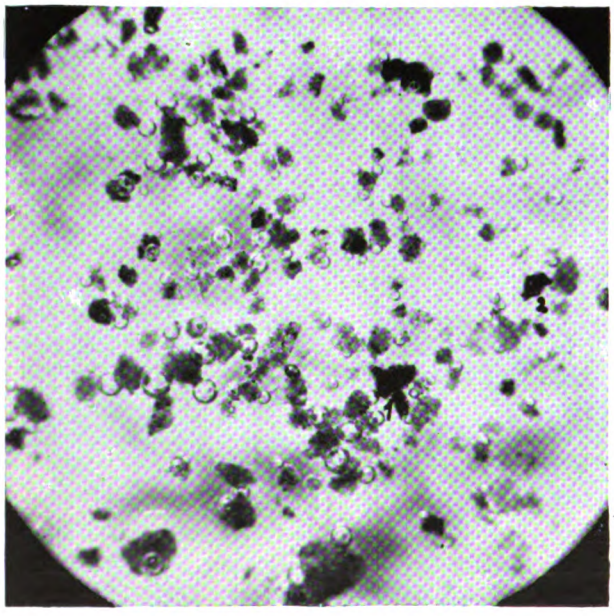


Abb. 10. Schwachbrand mit Bleiazetatlösung nach 5 Min.

gleichmäßig verteilt sind. Die bei der rein glasigen, oft vom Rande aus erfolgende Färbung dürfte dadurch bewirkt sein, daß infolge der geringeren Dicke des Randes hier zuerst eine merkliche Intensität der Schwärzung eintritt. Woher in manchen Fällen die Färbung in den beschriebenen eigenartigen Figuren beginnt (Abb. 6), ist hierdurch allerdings nicht erklärt. Im Gegensatz

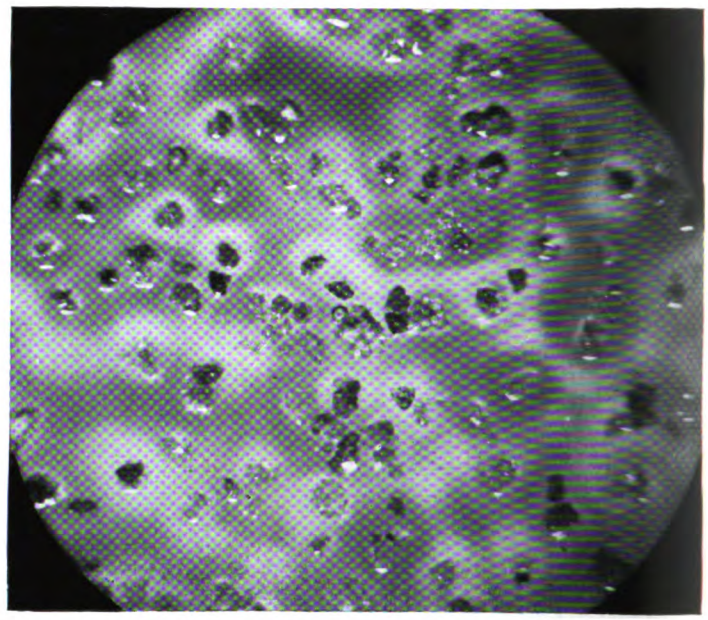


Abb. 11. Schlackenhaltiger Naturzement.

zur Schlacke hat im Klinker bei der Erstarrung zu einem kristallinen Produkt eine Entmischung stattgefunden. Die schon von Natur in viel geringerer Menge vorhandenen Sulfide dürften als selbständiger Bestandteil des Mineralgemisches des Klinkers oder auch in fester Lösung in einem Klinkermineral vorkommen. Versuche, die mit gepulverter Hochofenstückschlacke gemacht wurden, bewiesen dies ebenfalls. Es

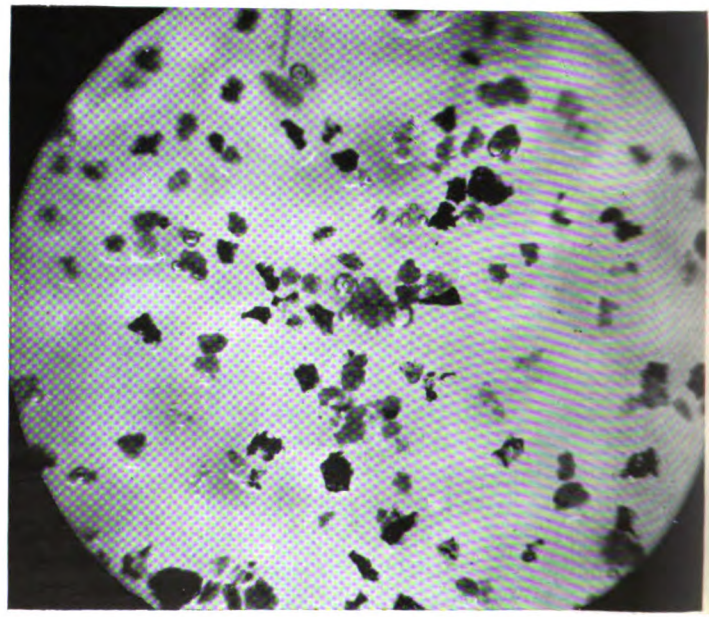


Abb. 12. Schlackenhaltiger Naturzement mit Bleiazetat behandelt (gleiche Stelle wie Abb. 11).

trat keine gleichmäßige Färbung der beschriebenen Art ein.

Zum Nachweis von Schlacke in Zementen zweifelhafter Art wurde die Bleiazetatbehandlung mit Erfolg

Digitized by Google

herangezogen[1]. Körner, die bei der mikroskopischen Betrachtung wie Schlacke aussahen (scharfkantig, mit muscheligem, splittrigem oder auch ebenem Bruch, weiß oder hellgelblich, durchsichtig, opak oder mit Entglasungserscheinungen), wurden auf ihr Verhalten

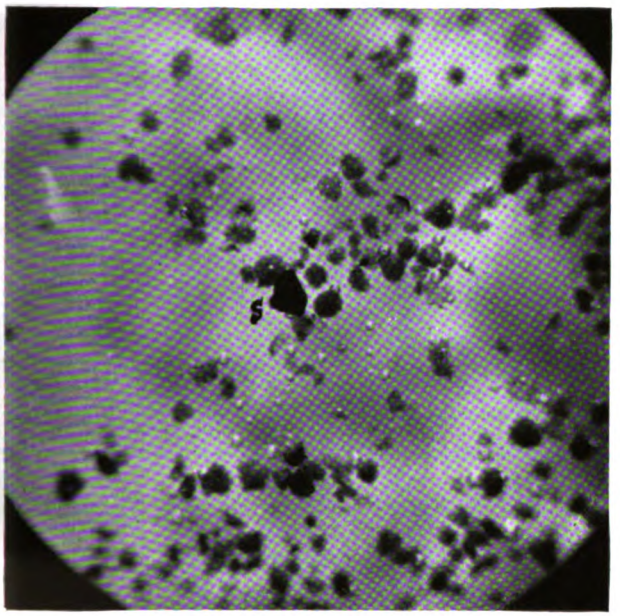


Abb. 13. Schlackenhaltiger Naturzement. Das mit S bezeichnete ursprünglich klar durchsichtige Schlackenkorn färbte sich mit Bleiazetat augenblicklich schwarz.

gegen Bleiazetatlösung untersucht. Handelte es sich um Schlacke, so trat binnen kurzer Zeit die charakteristische Färbung ein. Die Untersuchung muß natürlich an mehreren Proben ausgeführt werden. In den Abb. 11, 12, 13 sind einige typische Bilder gezeigt.

Für quantitative Zwecke, d. h. für die Auszählung der Schlackenkörner unter dem Mikroskop zum Zwecke der Bestimmung des Schlackengehaltes, wurde die Bleiazetatmethode bisher nicht verwendet. Hier sind auch kaum zuverlässige Ergebnisse zu erwarten, da insbesondere bei Naturzementen nicht ohne weiteres angenommen werden kann, daß Schlacke und Zementklinker im für die Untersuchung verwendeten Grieß in demselben Verhältnis enthalten sind wie im Durchschnitt des gesamten Mehles.

Für qualitative Zwecke gelangt man unter Zuhilfenahme des Bleiazetatverfahrens einfacher, schneller und sicherer zu einwandfreien Ergebnissen, als wenn man sich auf die bloße Betrachtung im Mikroskop beschränkt, wobei zudem die Anwendung polarisierten Lichtes unerläßlich ist. Bei Ausführung der Untersuchung mittels der Bleiazetatlösung ist das Polarisationsmikroskop entbehrlich, dessen Anschaffung teuer ist und dessen Gebrauch eine gewisse Übung voraussetzt. Das Verfahren dürfte deshalb gerade für Betriebe und Laboratorien, in denen kein Polarisationsmikroskop zur Verfügung steht, von Nutzen sein, während es dort, wo ein solches vorhanden ist, die Möglichkeit einer zuverlässigen Kontrolle bietet. Die Untersuchung kann mit dem einfachsten Mikroskop ausgeführt werden, da bei Verwendung des Grießes $\frac{900}{10\,000}$ nur etwa 25fache Vergrößerung erforderlich ist.

Zusammenfassung:

Hydraulischer Schlackensand färbt sich unter der Einwirkung essigsaurer Bleiazetatlösung binnen kurzer Zeit in charakteristischer Weise braun bis schwarz, was sich an grießförmigen Anteilen unter dem Mikroskop gut verfolgen läßt. Klinkerkörner von etwa 15 untersuchten Zementen färbten sich niemals in derselben Weise. Es ist daher möglich, Schlackenzusatz in Zementen mittels der Bleiazetatbehandlung nachzuweisen, wie durch Versuche und Mikroaufnahmen gezeigt wird.

[1] Meist handelte es sich um Naturzement enthaltende Mischzemente.

Wasseraufnahme von Portlandzement bei Luftlagerung.

Von **V. Rodt**[1].

Die Lagerbeständigkeit der Portlandzemente ist im allgemeinen gut und für die praktische Anwendung vollständig ausreichend. Trotzdem kommt es ab und zu vor, daß Zemente bei kurzer Lagerung vor der Verwendung auf der Baustelle eine auffallende Veränderung ihrer Abbindezeit aufweisen — eine Erscheinung, welche man bekanntlich als „Umschlagen" bezeichnet. Der Grund dieses Verhaltens ist nicht bekannt, vermutungsweise wird als Grund eine Nachfeinerung des Kornes, Einwirkung von Wasser, Feuchtigkeit, Kohlensäure oder Gehalt an Alkalien angeführt, ohne daß jedoch experimentelle Beobachtungen zum Gegenstande vorlägen.

Es möge daher hier einer dieser Faktoren — die Feuchtigkeit der Luft bei ihrer Einwirkung auf Portlandzement — beobachtet werden, der ja unter allen Verhältnissen zu einer gewissen Auswirkung kommen muß. Die Kohlensäure der Luft dürfte in den meisten Fällen von ganz untergeordneter Bedeutung sein, da der normale Gehalt der Luft an Kohlensäure nur 0,03% beträgt und somit im Vergleich zu den großen Zementmassen, die bei der praktischen Verwendung in Betracht kommen, verschwindend ist; die Kohlensäure soll hier daher nicht in den Kreis der Beobachtungen gezogen werden.

Der zu den Versuchen dienende Zement war eine als gut bekannte Marke eines deutschen Portlandzementes, der den deutschen Normen nach jeder Hinsicht entsprach und folgende chemische Zusammensetzung hatte:

Glühverlust	3,34%	Kalk.	62,70%
Kieselsäure	21,06%	Magnesia	1,22%
Tonerde.	7,05%	Schwefelsäure . . .	1,67%
Eisenoxyd.	2,25%	Rest	0,71%

[1] Original: Zement 14, Nr. 24, S. 520/22 (1925).

Digitized by Google

Die Versuche mit diesem Zement wurden in folgender Weise ausgeführt:

Je 0,5 g Zement wurden in flache mit eingeschliffenem Glasdeckel verschließbare Trockengläschen auf der analytischen Wage eingewogen und auf dem Boden in dünner Schicht ausgebreitet.

In sieben geräumigen Exsikkatoren wurden ferner je 300 ccm Schwefelsäure eingefüllt, und zwar besaßen die Schwefelsäuren Konzentrationen, welche folgenden relativen Luftfeuchtigkeiten entsprachen:

bei	Versuch I	10%	relative	Luftfeuchtigkeit
„	„ II	30%	„	„
„	„ III	50%	„	„
„	„ IV	60%	„	„
„	„ V	70%	„	„
„	„ VI	80%	„	„
„	„ VII	90%	„	„

Die Schwefelsäure befand sich am Boden des Exsikkators, darüber war ein Drahtnetz angebracht, auf dem sich das Wägegläschen mit dem Zement sowie ein Maximum- und Minimum-Thermometer befand.

Die Wassermenge, die der Zement aus der feuchten Luft aufnahm, wurde durch fortgesetzte Wägung aus der Gewichtszunahme ermittelt und ist aus den folgenden Tabellen I bis VII und der bildlichen Darstellung in den Schaubildern 1 und 2 ersichtlich.

Versuch I. 10% relative Luftfeuchtigkeit.

Lagerungsdauer in Tagen	t min	t max	Gewicht des Wägeglases mit 0,5 gr Zement	Wasseraufnahme in mg	Wasseraufnahme in % der ursprünglichen Substanz
0	—	—	15,0380	—	—
2	14	15			
3	12	14	15,0386	0,4	0,08
4	12	13	15,0386	0,5	0,10
5	13	13	15,0386	0,5	0,10
6	13	13	15,0386	0,5	0,10
7	13	14	15,0390	0,9	0,18
9	13	14	15,0390	0,9	0,18
11	13	15	15,0395	1,4	0,28
13	15	16	15,0402	2,1	0,42
16	12	15	15,0412	3,1	0,62
18	12	14	15,0414	3,3	0,66
20	14	14	15,0414	3,3	0,66
23	13	15	15,0414	3,3	0,66

Versuch II. 30% relative Luftfeuchtigkeit.

Lagerungsdauer in Tagen	t min	t max	Gewicht des Wägeglases mit 0,5 gr Zement	Wasseraufnahme in mg	Wasseraufnahme in % der ursprünglichen Substanz
0		16	17,9492	—	—
5		14	17,9499	0,07	0,14
6		14	17,9499	0,07	0,14
7		14	17,9501	0,09	0,18
8		14	17,9502	0,10	0,20
9		14,7	17,9504	0,12	0,24
11		15	17,9507	0,15	0,30
13		16	17,9510	0,18	0,36
15		15,7	17,9515	0,23	0,46
18		14	17,9526	0,34	0,68
20		14,5	17,9527	0,35	0,70
22		14	17,9528	0,36	0,72
25		15,3	17,9528	0,36	0,72
27		15	17,9528	0,36	0,72

Versuch III. 50% relative Luftfeuchtigkeit.

Versuchsdauer in Tagen	t min	t max	Gewicht des Wägegläschens mit 5 g Substanz	Gewichtszunahme in mg	Wasseraufnahme in % der ursprünglichen Substanz
—	16	16	16,1110		
3	14	14	16,1126	1,4	0,28
4	14	14	16,1126	1,4	0,28
5	12	15	16,1130	1,8	0,36
6	14	14	16,1132	2,0	0,40
7	14	15	16,1134	2,2	0,44
9	15	15	16,1134	2,2	0,44
11	15	15	16,1140	2,8	0,56
13	16	16	16,1142	3,0	0,60
16	14	16	17,1154	4,2	0,84
18	14	14	16,1154	4,2	0,84
20	14	15	16,1154	4,2	0,84
23	14	15	16,1154	4,2	0,84

Versuch IV. 60% relative Luftfeuchtigkeit.

Versuchsdauer in Tagen	t min	t max	Gewicht des Wägegläschens mit 5 g Substanz	Gewichtszunahme in mg	Wasseraufnahme in % der ursprünglichen Substanz
0		16,2	16,9168		
3		13,2	16,9200	3,0	0,60
4		13,2	16,9202	3,2	0,64
5		14	16,9206	3,6	0,72
6		13,7	16,9214	4,4	0,88
7		14	16,9218	4,8	0,96
9		14,7	16,9228	5,8	1,16
11		15	16,9232	6,2	1,24
13		16	16,9240	7,0	1,40
16		15,7	16,9254	8,4	1,68
18		14	16,9254	8,4	1,68
20		14,5	16,9262	9,2	1,84
23		15	16,9264	9,4	1,88
25		14,7	16,9264	9,4	1,88

Versuch V. 70% relative Luftfeuchtigkeit.

Lagerungsdauer in Tagen	t min	t max	Gewicht des Wägegläschens mit 0,5 g Zement	Wasseraufnahme in mg	Wasseraufnahme in %
—			16,1112		
1	18	20	16,1131	1,9	0,38
16	12	17	16,1214	10,2	2,04
20	12	13	16,1220	10,8	2,16
22	14	16	16,1230	11,8	2,36
28	16	17	16,1252	14,0	2,80
31	17	17	16,1260	14,8	2,96
34	18	19	16,1266	15,4	3,08
36	19	20	16,1272	16,0	3,20
41	20	20	16,1288	17,6	3,52
45	19	20	16,1298	18,6	3,72
49	18	18	16,1300	18,8	3,76
51	18	18	16,1310	19,8	3,96
70	17	22	16,1326	21,4	4,28
89	20	25	16,1344	23,2	4,64
143	24	23	16,1402	29,0	5,80

Ergebnis der Lagerungsversuche.

Das Ergebnis der Lagerungsversuche eines Portlandzementes bei verschiedenen Luftfeuchtigkeiten läßt sich folgendermaßen zusammenfassen:

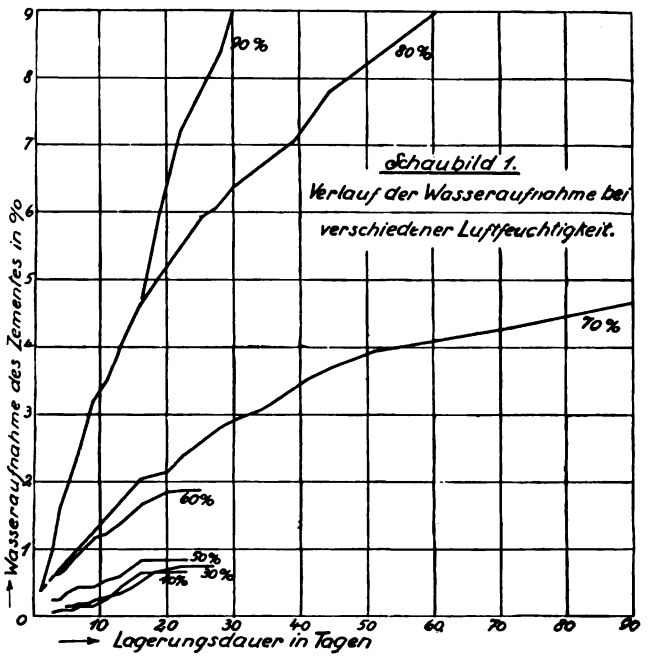
Bei 10 bis 50% relativer Luftfeuchtigkeit nimmt der Zement nur langsam und wenig Wasser auf; nach 25 Tagen nimmt die aufgenommene Wassermenge nicht mehr merklich zu und beträgt unter 1%.

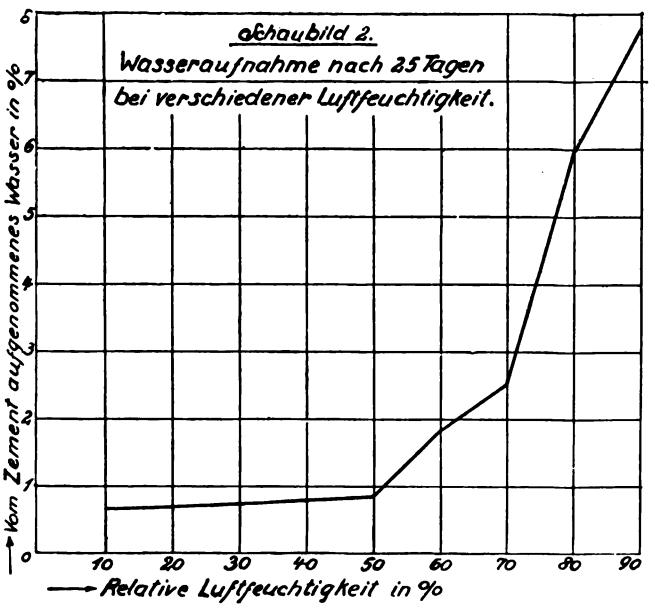
Digitized by Google

Bei 60% relativer Luftfeuchtigkeit steigt die Wasseraufnahme wesentlich stärker an und erreicht nach 25 Tagen — mit etwa 2% — einen Höchstbetrag.

Sobald die relative Luftfeuchtigkeit der Luft jedoch über 60% steigt, erfolgt eine rasche und dauernd steigende Wasseraufnahme, welche die folgenden Beträge erreicht:

Relat. Luftfeuchtigkeit in %	Lagerungsdauer in Tagen	Wasseraufnahme in %
70	143	5,8
80	189	18,2
90	85	22,0





Besonders deutlich ist der Knick der Wasseraufnahmekurve bei 50% relativer Feuchtigkeit aus Schaubild 2 ersichtlich, auf dem die Wasseraufnahme nach 25 Tagen bei verschiedenen Luftfeuchtigkeiten zusammengestellt sind.

Diesen Beobachtungen gemäß ist anzunehmen, daß die Lagerbeständigkeit des Zementes, soweit sie auf der Einwirkung der atmosphärischen Feuchtigkeit beruht, erst beeinträchtigt wird, wenn die Luftfeuchtigkeit 50% übersteigt, d. h. wenn sie über die übliche mittlere Luftfeuchtigkeit hinausgeht.

Versuch VI. 80% relative Luftfeuchtigkeit.

Lagerungsdauer in Tagen	t min	t max	Gewicht des Wägegläschens mit 0,5 g Zement	Wasseraufnahme in mg	Wasseraufnahme in %
0	14	16	15,5902	—	—
3	12	12	15,5953	5,1	1,02
4	12	12	15,5982	8,0	1,60
5	12	13	15,5999	9,7	1,94
6	12	12	15,6012	11,0	2,20
7	13	13	15,6028	12,6	2,52
9	13	13	15,6062	16,0	3,20
11	14	14	15,6078	17,6	3,52
13	15	15	15,6104	20,2	4,04
16	12	15	15,6136	23,4	4,68
18	13	13	15,6151	24,9	4,98
20	13	13	15,6162	26,0	5,20
23	12	14	15,6184	28,2	5,64
25	14	14	15,6194	29,2	5,84
27	15	15	15,6206	30,4	6,08
30	14	15	15,6222	32,0	6,40
37	16	16	15,6250	34,8	6,96
39	16	16	15,6256	35,4	7,08
41	17	17	15,6268	36,6	7,32
44	17	18	15,6292	39,0	7,80
46	16	17	15,6292	39,0	7,80
61	16	16	15,6354	45,2	9,04
65	11	16	15,6370	46,8	9,36
67	12	11	15,6370	46,9	9,38
73	15	15	15,6400	49,8	9,96
76	14	16	15,6412	51,0	10,20
79	16	16	15,6420	51,8	10,36
81	18	18	15,6420	51,8	10,36
86	19	19	15,6458	55,6	11,12
90	19	19	15,6466	56,4	11,28
94	17	18	15,6480	57,8	11,56
97	17	17	15,6490	58,8	11,76
115	16	16	15,6550	64,8	12,96
135	17	20	15,6620	71,8	14,26
189	17	23	15,6812	91,0	18,20

Versuch VII. 90% relative Luftfeuchtigkeit.

Lagerungsdauer in Tagen	t min	t max	Gewicht des Wägeglases mit 0,5 g Substanz	Wasseraufnahme in mg	Wasseraufnahme in %
0	15	15	18,7234	—	1,0
3	14	15	18,7284	5	1,0
16	15	17	18,7517	23	4,6
20	16	17	18,7834	32	6,4
22	17	17	18,8194	36	7,2
28	15	16	18,8614	42	8,4
31	16	18	18,9084	47	9,4
34	18	19	18,9594	51	10,2
36	14	16	19,0134	54	10,8
41	16	16	19,0734	60	12,0
85	17	19	19,1834	110	22,0

Die großen Massen, in denen der Zement normalerweise lagert, werden diese hier beobachtete Einwirkung der Luftfeuchtigkeit natürlich bei weitem nicht zu einer solchen Auswirkung kommen lassen wie bei vorliegenden Versuchsbedingungen, da sich der Prozeß im wesentlichen nur in den obersten Schichten der lagernden Massen vollziehen wird.

Digitized by Google

Kann Traß durch anderes Steinmehl ersetzt werden?

Von **H. Burchartz**[1].

Bekanntlich wird Traß dem Zementmörtel oder -beton zugesetzt, um den beim Erhärten des Zementes frei werdenden Kalk zu binden und ihn dort, wo dieser gegebenenfalls nachteilig wirken kann, nach Möglichkeit unschädlich zu machen, dann aber auch, um den Mörtel bzw. Beton weniger wasserdurchlässig oder, soweit dies möglich, wasserdicht zu machen.

In beiden Fällen hat der Zusatz von Traß — Zutritt von Feuchtigkeit natürlich vorausgesetzt — eine je nach Umständen mehr oder weniger große Festigkeitssteigerung des Mörtels bzw. Betons zur Folge, und zwar, entgegen der Ansicht von Graf[2], sowohl bei fetten wie bei mageren Mischungen.

Graf ist allerdings der Ansicht, daß der günstige Einfluß des Trasses auf Zementmörtel bzw. Beton auf mechanischer Wirkung beruht; denn er folgert auf Grund einiger weniger Versuche,

> „daß die festigkeitserhöhende Wirkung des rheinischen Trasses im Zementbeton zunächst mit der Möglichkeit zusammenhängt, daß das Traßmehl das Raumgewicht des Mörtels oder des Betons erhöht".

Zu dieser immerhin weitgehenden Schlußfolgerung, die nicht im mindesten die chemische Wirkung des Trasses berücksichtigt und die, nebenbei bemerkt, in den Ergebnissen andernorts ausgeführter Versuche über den Einfluß des Trasses auf die Festigkeit von Portlandzement keine Stütze findet, glaubt sich Graf wahrscheinlich deshalb berechtigt, weil er bei Versuchen mit anderen Steinmehlen, bei denen er anscheinend keine chemische, sondern ebenfalls nur eine mechanische Wirkung (Erhöhung der Dichtigkeit) voraussetzt, gleichfalls eine Festigkeitssteigerung von Zementmörtel beobachtet hat.

Die Grafsche Schlußfolgerung ist selbst bei der gewählten einschränkenden Form nicht verständlich; denn wie wäre sonst die durch einschlägige Versuche[1] bestätigte Tatsache zu erklären, daß Traß bei kalkreichen Zementen günstiger wirkt, d. h. stärkere Festigkeitserhöhung herbeiführt als bei kalkarmen, und vor allem die weitere hinlänglich bekannte Tatsache, daß Traß, an sich ein Stoff ohne eigenes Erhärtungsvermögen, die verhältnismäßig geringe Festigkeit von Weiß- oder Graukalk in so außerordentlich hohem Grade zu steigern vermag!

In beiden Fällen kommt eine mechanische Wirkung des Trasses nicht in Frage, sondern einzig und allein eine chemische.

Die Grafschen Versuche mit Steinmehlen haben allerdings ergeben, daß auch solche die Festigkeit von Zementmörtel bzw. -beton zu steigern vermögen. Die zu diesen Versuchen angewendeten Steinmehle waren jedoch aus kohlensaurem Kalk und Anhydrit gewonnen, also aus Stoffen, die unter gegebenen Bedingungen außer einer mechanischen auch eine chemische Wirkung (sogenannte Nebenvalenzwirkung) auf den Zement ausgeübt haben können. Z. B. ist bekannt, daß Gemische aus gelöschtem Kalk und kohlensaurem Kalk höhere Mörtelfestigkeiten ergeben als gelöschter Kalk allein. Ebenso liefert gemahlener Anhydrit mit geringem Zusatz von Kalk oder Zement Mörtel von verhältnismäßig hoher Festigkeit.

Es lag nun die Frage nahe, ob auch Steinmehl aus einem völlig inerten, d. h. in chemischer Beziehung unwirksamen natürlichen Gesteinsmaterial die Erhärtungsfähigkeit von Zement bzw. Zementmörtel ebenso günstig wie Traß zu beeinflussen vermag.

Um Aufschluß über diese Frage zu gewinnen, wurden vergleichende Festigkeitsversuche mit Mörtel ausgeführt, denen teils Traß, teils feingemahlener Quarzsand, teils ein Gemisch aus beiden zugesetzt war. Die für diese Versuche hergestellten Probekörper wurden auch auf Wasseraufnahme, Raumgewicht sowie auf Dichtigkeits- und Undichtigkeitsgrad geprüft, um ein Bild über die Beziehungen zwischen Wasseraufnahme, Raumgewicht und Dichtigkeitsgrad einerseits und Festigkeit andererseits zu gewinnen.

In meiner Arbeit „Traß als Ersatz für Zement und als Zusatz für Zementmörtel" hatte ich nämlich u. a. darauf hingewiesen, daß die Raumgewichte von Stoffen, die aus verschiedenen Bestandteilen zusammengesetzt sind, wie Mörtel und Beton, nur miteinander vergleichbar sind, wenn die Einzelbestandteile dieser Stoffe gleiches oder wenigstens annähernd gleiches Raumgewicht und spezifisches Gewicht haben, und daß nur in diesem Falle das Raumgewicht ein Maßstab für den Dichtigkeitsgrad

---

[1] Original: Zement 14, Nr. 15, S. 336/38, Nr. 16, S. 355/58 (1925).

[2] Graf behauptet in der „Schlußfolgerung" zu seiner Schrift „Versuche über den Einfluß von Traßmehl und anderen Steinmehlen im Zementmörtel und Beton", Verlag des Vereins Deutscher Ingenieure, Berlin, 1922, daß „Traßmehl bei fettem Beton die Festigkeit in der Regel nicht vergrößert, weil fetter Beton durch den Traßzusatz nicht dichter wird, in solchen Fällen vielmehr in der Regel zu einer Verminderung der Festigkeit führt". Durch die Versuche des Verfassers (s. Burchartz: Traß als Ersatz für Zement und als Zusatz zu Zementmörtel, „Zement" 1923, Nr. 38/45) ist erwiesen, daß Traß auch die Festigkeit von fettem Zementmörtel erhöht. Diese Versuche bezogen sich auf Mörtel der Mischung 1:3, die wohl als fett bezeichnet werden kann. Verfasser fand sogar bei Mörtel der Mischung 1 : 2 noch Steigerung der Festigkeit durch Traßzusatz. So ergab sich für die Mischung 1 Raumteil Portlandzement : 2 Raumteile Freienwalder Rohsand nach 28 Tagen Erhärtung (1 Tag an der Luft, die übrige Zeit unter Wasser) im Mittel

	Zugfestigkeit	Druckfestigkeit
für die Mischung ohne Traß . .	31,8 kg/cm² (r = 2,41)	233 kg/cm² (r=2,30)
für die Mischung mit 0,5 Raumteilen Traß . .	32,3 kg/cm² (r = 2.36)	249 kg/cm² (r =2,25)

Die Festigkeit ist also durch den Traßzusatz erhöht trotz Verringerung des Raumgewichtes.

[1] Burchartz: Traß als Ersatz für Zement und als Zusatz für Zementmörtel, „Zement" 1923, Nr. 38/45.

Digitized by Google

bzw. Undichtigkeitsgrad der Stoffe sei. Die vorliegenden Versuche sollten zeigen, wieweit diese Behauptung berechtigt war. Das zur Untersuchung bestimmte Material bestand aus

1. Portlandzement,
2. rheinischem Traß,
3. Stein- (Quarz-) Mehl,
4. Quarzkiessand (Körnung 0 bis 3 mm).

Das Steinmehl war gemahlener Hohenbockaer Sand, bekanntlich ein sehr reiner Quarzsand, der vielfach zur Glaserzeugung und auch zur Herstellung von Scheuerpulver benutzt wird. Der Kiessand war durch Absieben von Cossebauder Kies, einem anerkannt guten Zuschlagstoff, auf dem 4-Maschen-Sieb gewonnen.

Die Materialeigenschaften der einzelnen Stoffe sind aus den Tafeln 1 bis 3 ersichtlich.

Zur Prüfung gelangten folgende Mischungen:

Lfde. Nr.	Mischung in Raumteilen			
	Zement	Kiessand	Traß	Steinmehl
1	1	+4	—	—
2	1	+4	+0,25	—
3	1	+4	+0,50	—
4	1	+4	+0,75	—
5	1	+4	+1	—
6	1	+4	+0	+0,25
7	1	+4	+0	+0,50
8	1	+4	+0	+0,75
9	1	+4	+0	+1
10	1	+4	+0,25	+0,75
11	1	+4	+0,50	+0.50
12	1	+4	+0,75	+0,25

Tafel 1. Allgemeine Eigenschaften der Probestoffe.

Material	Mittleres Gewicht für 1 Liter in kg			Spezifisches Gewicht	Dichtigkeitsgrad $d = \frac{R r}{s}$	Undichtigkeitsgrad $u = 1 - d$	Gehalt an	
	eingefüllt	eingelaufen	eingerüttelt		bezogen auf das eingerüttelte Material		hygroskopischem Wasser	Hydratwasser
	Rt.	Rl.	Rr.	s			%	%
Zement	1,281[1]	1,220	2,000[1]	3,125	—	—	—	—
Traß	0,917[1]	0,873	1,412[1]	2,358	—	—	2,78	7,27
Steinmehl	0,940[2]	0,891[1]	1,532[1]	2,691	0,570	0,430	—	—
Cossebauder Kiessand[3]	1,661[2]	1,613[1]	1,925[1]	2,681	0,720	0,280	—	—

Tafel 2. Mahlfeinheit bzw. Kornzusammensetzung der Probestoffe.

Material	Rückstand in % auf den Sieben mit Maschen für 1 cm²										Durchgang durch das feinste Sieb
	4	9	16	60	120	240	324	600	900	5000	
Zement	—	—	—	—	—	0,0	0,2	0,7	1,0	19,4	80,6
Traß	—	—	—	0,0	0,3	1,3	3,2	9,0	10,6	35,5	64,5
Steinmehl	—	—	—	—	—	—	—	0,0	0,1	1,3	98,7
Cossebauder Kiessand	0,0	9,3	21,8	47,4	62,8	—	86,7	—	98,5	—	1,5

Hiernach kennzeichnen sich der verwendete Zement und Traß als normengemäß. Der Kiessand hat die Eigenschaften eines guten Mauersandes. Er ist rein und gemischtkörnig. Das aus dem Hohenbockaer Sand erzeugte Steinmehl ist von außerordentlicher Feinheit. Es hinterläßt auf dem 5000-Maschen-Sieb kaum einen Rückstand (1,3%). Seiner Kornzusammensetzung entsprechend ist es sehr undicht. Es enthält 43% Hohlräume.

Tafel 3. Normenfestigkeit des Zementes und Trasses.

Material	Zugfestigkeit in kg/qcm nach		Druckfestigkeit in kg/qcm nach 28 Tagen	
	7 Tagen	28 Tagen		
	Wasserlagerung		Wasserlagerung	kombinierte Lagerung
Zement	17,7	—	295	339
Traß	—	22,5	157	—

Aus diesen Mischungen[1] wurden Druckprobekörper in Normalformat (Würfel von 7,1 cm Kantenlänge) gefertigt. Die Mischungen wurden, um den Einfluß der Art der Verarbeitung (Höhe des Wasserzusatzes) auf Dichtigkeit und Festigkeit festzustellen, teils erdfeucht, teils weich angemacht. Die angewendeten Wasserzusätze sind in Tafel 4 (Spalte 6) verzeichnet.

Der erdfeuchte Mörtel, der gemäß den Zementnormen im Mörtelmischer Bauart Steinbrück-Schmelzer gemischt war, wurde auf dem Hammerapparat Bauart Böhme unter Anwendung von 150 Schlägen in die Form eingeschlagen, der von Hand angemachte weiche Mörtel unter leichtem Stampfen in die Formen eingefüllt.

Die Probekörper lagerten 24 Stunden in feuchter Luft, die übrige Zeit unter Wasser von Zimmerwärme.

Ihre Prüfung erstreckte sich auf die Bestimmung folgender Eigenschaften:

1. Wasseraufnahme (scheinbare Dichte),
2. Raumgewicht (trocken), spezifisches Gewicht, Dichtigkeitsgrad und Undichtigkeitsgrad,
3. Druckfestigkeit nach 28 Tagen und 3 Monaten Erhärtung unter Wasser (den ersten Tag an der Luft).

Bezüglich der Art der Versuchsausführung erübrigen sich besondere Angaben, da diese als bekannt vorausgesetzt werden darf.

Nur bezüglich der Wasseraufnahmebestimmung sei bemerkt, daß diese in der Weise vorgenommen wurde, daß

[1] Für die Mischungen Nr. 2 bis 9 mit Traß- bzw. Steinmehlzusatz wurde der Traß bzw. das Steinmehl zunächst dem Zement zugemischt und dann dieses Gemisch mit dem Kiessand zu Mörtel verarbeitet. Für die Mischungen Nr. 10 bis 12 wurden zunächst die Gemische aus Traß und Steinmehl hergestellt, diese dann dem Zement zugesetzt und die so gewonnenen Mischungen mit dem Kiessand zu Mörtel verarbeitet.

Als Einheitsgewicht für die zur Herstellung der Mörtelmischungen zur Anwendung gelangenden Rohstoffe wurden die Litergewichte der Stoffe eingefüllt zugrunde gelegt (s. Tafel 1), und zwar wurden an Stelle eines Liters verarbeitet für

den Zement	1,281 kg,
den Traß	0,917 kg,
das Steinmehl	0,940 kg,
den Kiessand	1,661 kg.

[1] Im 1-Liter-Gefäß ermittelt.

[2] Im 10-Liter-Gefäß ermittelt.

[3] Der Gehalt des Kiessandes an abschlämmbaren (beständigen) Bestandteilen betrug 0,2%.

Digitized by Google

Tafel 4. Ergebnisse der Prüfung auf Wasseraufnahme, Raumgewicht, spezifisches Gewicht, Dichtigkeitsgrad und Undichtigkeitsgrad.

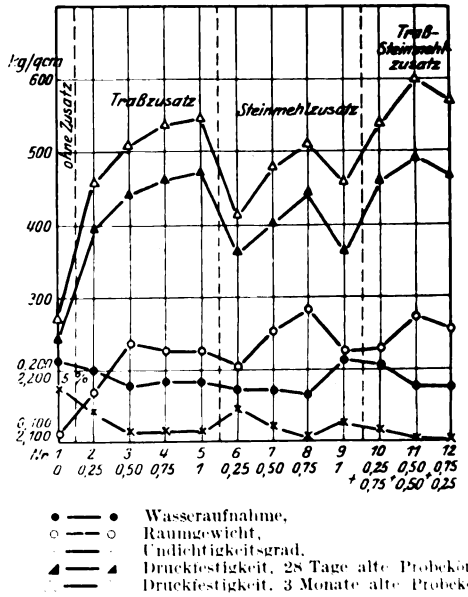
Mittelwerte aus je drei Einzelversuchen.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Lfde. Nr.	Mischung in Raumteilen				Wasserzusatz	Wasseraufnahme: Gewicht der Proben in g nach 28 Tagen Wasserlagerung	dem Trocknen	Wassersättigung	Wasseraufnahme in g	Wasseraufnahme in %	Raumgewicht, trocken r	Spezifisches Gewicht s	Dichtigkeitsgrad $\frac{r}{s} = d$	Undichtigkeitsgrad $1 - \frac{r}{s} = u$
	Zement	Kiessand	Traß	Steinmehl	%									
Erdfeucht angemacht.														
1	1	4	0	0	7,0	794	746	787	41	**5,6**	**2,101**	2,542	**0,827**	0.173
2	1	4	0,25	0	7.3	813	770	810	40	**5,2**	**2,169**	2,532	**0,857**	0.143
3	1	4	0,50	0	7,5	830	795	826	31	**3,9**	**2,239**	2,521	**0,888**	0.112
4	1	4	0,75	0	7.7	828	790	824	33	**4,2**	**2,225**	2,510	**0,886**	0.114
5	1	4	1	0	8,0	827	790	823	33	**4,2**	**2,226**	2,510	**0,887**	0.113
6	1	4	0	0,25	7,0	803	782	810	28	**3,6**	**2,203**	2,575	**0,856**	0.144
7	1	4	0	0,50	7,1	822	801	829	28	**3,5**	**2,256**	2,564	**0,880**	0.120
8	1	4	0	0,75	7,2	831	811	838	27	**3,3**	**2,284**	2,564	**0,891**	0,109
9	1	4	0	1	8,5	834	788	833	44	**5,7**	**2,221**	2,542	**0,874**	0.126
10	1	4	0,25	0,75	8.3	836	791	834	43	**5,4**	**2,229**	2,521	**0,884**	0.116
11	1	4	0,50	0,50	8,0	842	808	839	31	**3,9**	**2,275**	2,515	**0,897**	0.103
12	1	4	0,75	0,25	8,0	836	801	832	31	**3,8**	**2,256**	2,510	**0,899**	0.101
Weich angemacht.														
1	1	4	0	0	13,8	759	695	755	60	**8,6**	**1,957**	2,542	**0,770**	0.230
2	1	4	0,25	0	14,1	753	683	751	68	**9,9**	**1,924**	2,532	**0,760**	0,240
3	1	4	0,50	0	14,3	762	691	759	68	**9,8**	**1,947**	2,510	**0,776**	0.224
4	1	4	0,75	0	14.5	776	708	775	67	**9,5**	**1,994**	2,510	**0,794**	0.206
5	1	4	1	0	14,8	771	702	770	68	**9,7**	**1,977**	2,500	**0,791**	0.209
6	1	4	0	0,25	14,8	737	689	755	66	**9,5**	**1,942**	2,564	**0,757**	0.243
7	1	4	0	0,50	15,0	745	697	767	70	**10,1**	**1,962**	2,553	**0,769**	0,231
8	1	4	0	0,75	15,1	749	702	772	70	**10,0**	**1,977**	2,553	**0,782**	0.218
9	1	4	0	1	15,3	778	706	777	71	**10,0**	**1,990**	2,542	**0,783**	0.217
10	1	4	0,25	0,75	15,1	775	701	773	72	**10,3**	**1,974**	2,521	**0,783**	0.217
11	1	4	0,50	0,50	14.8	764	691	762	71	**10,2**	**1,948**	2,510	**0,776**	0.224
12	1	4	0,75	0.25	14,8	797	732	797	65	**8,9**	**2,061**	2,510	**0,821**	0.179

Tafel 5. Ergebnisse der Prüfung auf Druckfestigkeit. Mittelwerte aus je drei Einzelversuchen. Die in Klammern stehenden Werte in Spalte 6 und 7 sind Verhältniszahlen. Die Festigkeit der Mischung ohne Zusatz = 100 gesetzt.

1	2	3	4	5	6	7
Lfde. Nr.	Mischung in Raumteilen				Mittlere Druckfestigkeit in kg/qcm nach	
	Zement	Kiessand	Traß	Steinmehl	28 Tagen	3 Monaten
Erdfeucht angemacht.						
1	1	4	0	0	**247** (100)	**277** (100)
2	1	4	0,25	0	**397** (161)	**461** (166)
3	1	4	0,50	0	**446** (181)	**508** (183)
4	1	4	0,75	0	**461** (187)	**540** (195)
5	1	4	1	0	**473** (191)	**550** (199)
6	1	4	0	0,25	**364** (147)	**418** (151)
7	1	4	0	0,50	**404** (164)	**486** (175)
8	1	4	0	0,75	**448** (181)	**518** (187)
9	1	4	0	1	**369** (149)	**464** (168)
10	1	4	0,25	0,75	**460** (186)	**543** (196)
11	1	4	0,50	0,50	**499** (202)	**601** (217)
12	1	4	0,75	0,25	**471** (191)	**574** (207)
Weich angemacht.						
1	1	4	0	0	**159** (100)	**201** (100)
2	1	4	0,25	0	**170** (107)	**215** (107)
3	1	4	0,50	0	**186** (117)	**247** (123)
4	1	4	0,75	0	**225** (142)	**295** (147)
5	1	4	1	0	**207** (130)	**279** (139)
6	1	4	0	0,25	**103** (65)	**141** (70)
7	1	4	0	0,50	**105** (66)	**141** (70)
8	1	4	0	0,75	**106** (67)	**141** (70)
9	1	4	0	1	**140** (88)	**171** (85)
10	1	4	0,25	0,75	**144** (91)	**181** (90)
11	1	4	0,50	0,50	**172** (108)	**237** (118)
12	1	4	0,75	0,25	**217** (136)	**293** (143)

die unter Wasser gelagerten 28 Tage alten Mörtelkörper zunächst bis zu gleichbleibendem Gewicht getrocknet und dann solange in Wasser gelegt wurden, bis sie wieder gleichbleibendes Gewicht erreicht hatten. Hierbei ergab sich die auffällige Erscheinung, daß die Körper nicht mehr das Gewicht erreichten, das sie ursprünglich nach 28 Tagen Wasserlagerung aufwiesen. Diese Erscheinung kann nur damit erklärt werden, daß der während der



● — ● Wasseraufnahme,
○ — ○ Raumgewicht,
Undichtigkeitsgrad,
▲ — ▲ Druckfestigkeit, 28 Tage alte Probekörper,
Druckfestigkeit, 3 Monate alte Probekörper.

Abb. 1. Ergebnisse der Prüfung der erdfeucht angemachten Proben auf Wasseraufnahme, Raumgewicht, Undichtigkeitsgrad und Druckfestigkeit nach 28 Tagen und 3 Monaten Erhärtung (nach Tafel 4)

Digitized by Google

Wasserlagerung gequollene Mörtel beim Trocknen geschwunden ist und sich hierbei vorher vorhanden gewesene Hohlräume ausgefüllt haben. Dieses Verhalten des Mörtels erklärt auch die vielfach gemachte Erfahrung, daß Mörtel oder Beton, der abwechselnd feucht und trocken wird, dichter und auch fester wird als solcher, der dauernd feucht bleibt.

Die Ergebnisse der Prüfung der Mörtelkörper auf die Eigenschaften unter 1 und 2 sind in Tafel 4 und die der Festigkeitsversuche in Tafel 5 enthalten. Sämtliche Ergebnisse sind Durchschnittswerte aus einer größeren Anzahl von Einzelversuchen. Von einer Wiedergabe aller Einzelwerte ist aus Gründen der Raumersparnis Abstand genommen worden.

Die Zahlenwerte für die Wasseraufnahme, das Raumgewicht, den Undichtigkeitsgrad und die Druckfestigkeit sind zur besseren Anschauung in Abb. 1 und 2 zeichnerisch dargestellt. Aus den Versuchsergebnissen ist folgendes zu ersehen:

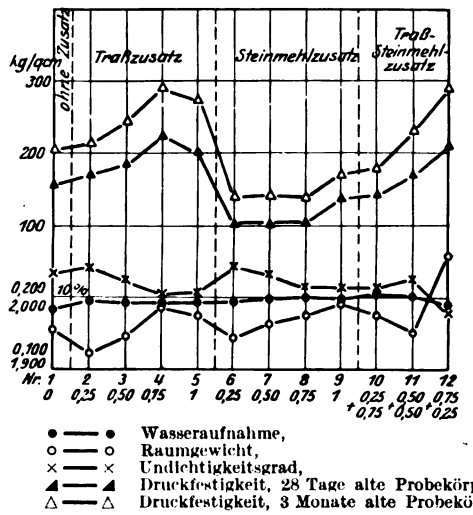


Abb. 2. Ergebnisse der Prüfung der weich angemachten Proben auf Wasseraufnahme, Raumgewicht, Undichtigkeitsgrad und Druckfestigkeit nach 28 Tagen und 3 Monaten Erhärtung (nach Tafel 5).

a) Erdfeucht angemachter Mörtel.

1. Die Wasseraufnahme wird durch Zusatz von Traß oder Steinmehl oder des Gemisches aus beiden verringert. Ein Einfluß der Art der Zusätze auf die Wasseraufnahme ist nicht erkennbar. Ihre Wirkung in dieser Beziehung ist im wesentlichen die gleiche.

2. Das Raumgewicht wird durch die Zusätze je nach Art der Zuschläge mehr oder weniger erhöht, durch den Zusatz des Steinmehls und Gemisches aus Steinmehl und Traß mehr als durch Zusatz des Trasses.

3. Das spezifische Gewicht wird durch Zusatz von Traß und Traß-Steinmehl-Gemisch verringert, durch den von Steinmehl erhöht.

4. Der Dichtigkeitsgrad wird durch Zusatz von Traß, Steinmehl und Traß-Steinmehl-Gemisch erhöht bzw. der Undichtigkeitsgrad (Gehalt an Hohlräumen) verringert. Am günstigsten wirkt das Gemisch aus Traß und Steinmehl. Traß und Steinmehl wirken für sich gleich günstig auf den Dichtigkeitsgrad.

5. Die Druckfestigkeit wird durch Zusatz von Traß und Steinmehl und des Traß-Steinmehl-Gemisches gesteigert. Der Traß erhöht die Festigkeit stärker als das Steinmehl. Am günstigsten wirkt das Gemisch aus 0,5 Teilen Traß und 0,5 Teilen Steinmehl.

Der Grad der Festigkeitsänderung durch die Zusätze ist aus den Verhältniszahlen (siehe Spalte 6 und 7 in Tafel 5) ersichtlich. Hiernach beträgt die höchste Festigkeitssteigerung bei 3 Monaten Alter der Proben für Traß 99%, für Steinmehl 87% und für das Traß-Steinmehl-Gemisch 117% gegenüber der Festigkeit des Mörtels ohne Zusatz.

b) Weich angemachter Mörtel.

1. Die Wasseraufnahme wird durch den Zusatz von Traß sowohl wie von Steinmehl und von Traß-Steinmehl-Gemisch erhöht, durch das Steinmehl stärker als durch den Traß. Die Höhe der Zuschläge scheint hierbei ohne wesentliche Bedeutung zu sein; denn die Wasseraufnahme schwankt für die Mischungen mit

Traßzusatz zwischen	9,5	und	9,9%
Steinmehlzusatz zwischen	9,5	„	10,1%
Steinmehl-Traß-Gemisch-Zusatz zwischen .	8,9	„	10,3%.

2. Das Raumgewicht wird mit steigendem Zusatz an Traß und Steinmehl und Traß-Steinmehl-Gemisch erhöht. Ausnahmen bilden nur die Mischungen mit 0,25 Raumteilen Traß, 0,25 Raumteilen Steinmehlzusatz und 0,5 Raumteilen Traßzusatz, die ein geringeres r haben als die Mischung ohne Zusatz.

3. Das spezifische Gewicht wird durch Zusatz von Traß und Traß-Steinmehl-Gemisch verringert, durch den von Steinmehl erhöht.

4. Der Dichtigkeitsgrad wird sowohl durch Traß wie Steinmehl und Traß-Steinmehl-Gemisch gesteigert, der Undichtigkeitsgrad entsprechend verringert, und zwar durch Traß stärker als durch Steinmehl. Ausnahmen bilden nur die Mischungen, die auch geringeres Raumgewicht ergeben haben als der Mörtel ohne Zusatz.

5. Die Druckfestigkeit wird durch Zusatz von Traß bis zu 0,75 Teilen erhöht, durch den von Steinmehl verringert, durch den Zusatz von Traß-Steinmehl-Gemisch bei geringem Traßanteil vermindert und bei hohem Traßanteil gesteigert. Nach den Verhältniszahlen beträgt die höchste Festigkeitszunahme bei 3 Monaten Alter der Proben für Traß (mit 0,75 Teilen) 47% und für Traß-Steinmehl-Gemisch (mit 0,75 Teilen) 43%. Der Festigkeitsverlust durch Steinmehlzusatz schwankt zwischen 15 und 30%.

Vergleich des erdfeuchten Mörtels mit dem weichen.

Der weiche Mörtel hat eine größere Wasseraufnahme, ein geringeres Raumgewicht und einen höheren Gehalt an Hohlräumen als der erdfeuchte der entsprechenden Mischungen. Die Wasseraufnahme des ersteren ist mehr als doppelt so groß wie die des letzteren.

Das spezifische Gewicht der weichen Mörtel ist praktisch gleich dem der entsprechenden erdfeuchten Mörtel, was ohne weiteres erklärlich ist, da die ersteren, wenn auch mit verschiedenem Wasserzusatz angemacht, aus denselben Stoffen bestehen wie die letzteren. Das spezifische Gewicht ist von der Menge des zugesetzten Wassers unabhängig.

Digitized by Google

Der Undichtigkeitsgrad wird durch die verschiedenen Zuschläge bei dem höheren Wasserzusatz weniger beeinflußt als bei dem geringeren Wasserzusatz.

Die Festigkeit des weichen Mörtels ist durchweg geringer als die des erdfeuchten, ein Ergebnis, das zu erwarten war; es bestätigt die vorliegenden Versuche und Erfahrungen über den Einfluß des Wasserzusatzes auf die Festigkeit von Mörtel und Beton.

Durchnittlich beträgt die Festigkeitseinbuße der weich angemachten Mischungen nach 3 Monaten für

den Mörtel	ohne Zusatz	27 %
„ „	mit Traßzusatz	50 %
„ „	mit Steinmehlzusatz	73 %
„ „	mit Traß-Steinmehl-Zusatz	59 % .

Den bei weitem größten Festigkeitsverlust hat also der Mörtel mit Steinmehl erlitten.

Beziehungen zwischen Raumgewicht und Dichtigkeitsgrad einerseits und Festigkeit andererseits.

Hinsichtlich dieser Beziehungen ergibt sich aus den vorstehenden Versuchsergebnissen folgendes:

1. Das Raumgewicht der Traß- sowohl wie der Steinmehlmörtel steigt mit zunehmendem Zusatz an Traß und Steinmehl bis zu einer gewissen Höhe des Zusatzes und entsprechend auch naturgemäß der Dichtigkeitsgrad, d. h. der Mörtel wird mit steigendem Zusatz an genannten Stoffen dichter.

Die Mörtel mit Steinmehl haben zwar höheres Raumgewicht, jedoch durchschnittlich keinen höheren Dichtigkeitsgrad als die entsprechenden Mischungen mit Traß. Das höhere Raumgewicht ist lediglich eine Folge des höheren spezifischen Gewichtes des Steinmehles gegenüber dem des Trasses (2,691 gegen 2,358) und nicht etwa eine Folge stärkerer mechanischer Verdichtung.

2. Bei den erdfeuchten Mörteln wird das Raumgewicht durch Traßzusatz gegenüber dem des Mörtels ohne Zusatz erhöht, jedoch nur bis zu einer gewissen Höhe des Zuschlages (0,5 Teilen), um von diesem Zuschlage an gleichzubleiben. Die Festigkeit wird gleichfalls gesteigert, und zwar im vorliegenden Falle bis zu dem angewendeten höchsten Zusatz an Traß (1 Teil). Durch Steinmehl werden das Raumgewicht und die Festigkeit in gleicher Weise gesteigert, und zwar ebenfalls bis zu einer gewissen Höhe des Zusatzes (0,75 Teilen). Dagegen ist die Zunahme der Steinmehlmörtel an Festigkeit gegenüber der des Mörtels ohne Zusatz wesentlich geringer als die der Traßmörtel.

Wesentlich anders als für den erdfeuchten Mörtel gestalten sich die Beziehungen zwischen Raumgewicht und Festigkeit für die weichen Mörtel. Bei diesen ist das Raumgewicht der Mörtel mit geringem Traßzusatz (0,25 und 0,50 Teilen) geringer, das der Mörtel mit hohem Traßzusatz größer als das des Mörtels ohne Zuschlag. In allen Fällen ist jedoch die Festigkeit des Traßmörtels höher als die des Mörtels ohne Traß.

Das Raumgewicht der Mischungen mit Steinmehl ist mit Ausnahme derjenigen mit 0,75 Teilen Steinmehl höher als das der Mörtel ohne Zuschlag; dagegen ist die Festigkeit in allen Fällen wesentlich geringer als die des Mörtels ohne Zuschlag.

Allgemein ergibt sich also, daß

1. das Raumgewicht von Mörtel und Beton, der aus Bestandteilen verschiedener Art zusammengesetzt ist — wie ich behauptet habe —, kein unmittelbarer Maßstab für die Porosität, hierzu vielmehr die Kenntnis bzw. die Bestimmung des Dichtigkeitsgrades, berechnet aus dem Raumgewicht und spezifischen Gewicht, erforderlich ist;

2. aus dem Raumgewicht von Mörtel und Beton nicht ohne weiteres auf dessen Festigkeit geschlossen werden kann.

Des weiteren läßt sich aus den vorliegenden Versuchsergebnissen schließen, daß der Traß keineswegs allein deswegen festigkeitssteigernd wirke, weil er, wie Graf behauptet, das Raumgewicht des Mörtels oder Betons erhöht, also diesen verdichtet, sondern auch deswegen, weil er die Erhärtung chemisch günstig beeinflußt.

Wie ließe sich auch anders die Tatsache erklären, daß einerseits z. B. der (weiche) Mörtel mit 0,25 Teilen Traß geringeres Raumgewicht, jedoch höhere Festigkeit liefert als der Mörtel ohne Traß, andererseits die Steinmehlmörtel höheres Raumgewicht und gleichen Dichtigkeitsgrad, jedoch geringere Festigkeit ergeben haben als die Traßmörtel?

Will man nun zu der Frage, ob Traß durch Steinmehle anderer Art ersetzt werden kann, Stellung nehmen, so läßt sich das Ergebnis der besprochenen Versuche dahin zusammenfassen, daß Steinmehle, die aus inertem Material hergestellt sind, wenn man von ihnen die gleiche Wirkung wie von Traß erwarten will, diesen nicht ersetzen können.

Allerdings hat im vorliegenden Falle ebenso wie bei den Graf'schen Versuchen das Steinmehl die Festigkeit des Zementmörtels — wenigstens die des erdfeucht angemachten — erhöht. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, daß die Bedingungen, unter denen die Bereitung und Verarbeitung des Mörtels und Betons in der Praxis erfolgt, wesentlich andere sind als im Laboratorium. Hier werden die Stoffe aufs sorgfältigste durchgemischt und die Mörtel- und Betonmasse durch Einschlagen stark mechanisch verdichtet, was auf der Baustelle in gleichem Maße nicht möglich ist.

Die Folge dieses ungenügenden Durcharbeitens der Stoffe ist deren ungleichmäßige Verteilung in der Mörtel- und Betonmasse, und diese hat wiederum geringere Dichte und Festigkeit zur Folge. Unter diesen Umständen ist der einzige Erfolg, der vielleicht bei Zusatz von Steinmehl zu erdfeuchtem Mörtel erzielt werden könnte, nämlich die Erhöhung der Festigkeit durch mechanische Verdichtung, sehr in Frage gestellt.

Bei weichem Mörtel hat das Steinmehl nach den vorstehenden Versuchsergebnissen einen mehr oder minder empfindlichen Festigkeitsverlust herbeigeführt. Wirkt also Steinmehl bei wasserreich angemachtem Mörtel und Beton an sich schon schädlich, so ist der Mißerfolg um so stärker, als die Gefahr einer ungenügenden Durcharbeitung der Mörtel- und Betonmasse und daher einer ungleichmäßigen Verteilung des Steinmehls um so größer wird, je wasserreicher der Beton angemacht wird; denn

Digitized by Google

der weiche oder gar flüssige Beton (Gußbeton) wird weniger durchgearbeitet als der erdfeuchte, weil er für das Auge schnell eine gleichmäßige Masse bildet, während erdfeuchter Beton bekanntlich zur Erzielung gleichmäßiger Beschaffenheit einer sorgfältigen Durcharbeitung bedarf.

In ähnlicher Weise äußert sich hinsichtlich der Verwendung von Steinmehl zur Betonbereitung auch Probst[1] in einer kürzlich erschienenen Abhandlung, und zwar wie folgt:

„Es besteht in vielen Fachkreisen noch manchmal die Ansicht, daß das staubförmige Material in Form von Steinmehl zum Teil den Traß zu ersetzen in der Lage ist, wobei man vergißt, daß der Traß auch eine chemische Aufgabe zu erfüllen hat, die von gewöhnlichem Steinmehl nicht erfüllt werden kann. Ferner wird vielfach angenommen, daß mit einem Gehalt an Steinmehl die Dichtigkeit des damit verarbeiteten Betons verbessert wird, weil man annimmt, daß die kleinsten Hohlräume durch das Steinmehl ausgefüllt werden. Man vergißt dabei, daß das Steinmehl nicht immer und am wenigsten bei Gußbeton in die kleinen Hohlräume eindringt, für die es bestimmt ist. Man denke nur an die Art der Zubereitung und Verarbeitung des Gußbetons, und man wird nicht im Zweifel darüber sein, daß das Steinmehl nur selten den Gefallen erweist, in die kleinen Hohlräume einzudringen. Es besteht die Möglichkeit, daß es sich in unverkitteten Klumpen zu Gefahrstellen zusammenballt oder sehr viel von dem Zement verbraucht, der an anderen Stellen des Bauwerks dann fehlt. Ein Überschuß an Steinmehl kann sonach leicht zu einer Verminderung der Festigkeit des Betons führen, ohne seine Wasserdichtigkeit zu vergrößern."

Ist also hiernach Steinmehl aus inertem Material für die Bereitung von erdfeuchtem Mörtel und Beton nur bedingt zuzulassen, so ist bei der Herstellung von wasserreichem Beton, vor allem von Gußbeton, unbedingt vor seiner Verwendung zu warnen.

Bei Traß liegen die Verhältnisse wesentlich günstiger, denn dieser steigert die Festigkeit nicht nur von erdfeucht angemachtem Mörtel und Beton, sondern auch infolge seiner auf chemischen Vorgängen beruhenden Zusammenwirkung mit dem Zement, auch die von weich angemachtem.

Schließlich ist auch noch zu erwägen, daß das Mahlen des Gesteins zwecks Erzeugung des Steinmehls mit nicht unerheblichen Kosten verknüpft ist, insbesondere da die Gesteine, die hierfür in Frage kommen, meist härter und daher schwerer zu mahlen sind als der verhältnismäßig weiche Tuffstein, aus dem der Traß gewonnen wird. Unter Umständen müssen auch, falls das Mahlen auf der Baustelle geschehen soll, Mahlanlagen bereitgestellt oder gar beschafft werden. Also auch aus wirtschaftlichen Gründen wird sich der Ersatz von Traß durch Steinmehl anderer Art nicht empfehlen.

[1] Probst: Beobachtungen an Beton- und Eisenbetonbauten auf einer Studienreise. Der Bauingenieur Heft 24, S. 802. 1924.

Alles in allem ist aus den vorstehenden Versuchsergebnissen und Erwägungen zu schließen, daß Traß durch Steinmehl im allgemeinen nicht ersetzt werden kann.

Die aus den vorliegenden Versuchsergebnissen sich einwandfrei ergebende Tatsache, daß der wasserreich (weich oder flüssig) angemachte Mörtel und auch Beton einen höheren Undichtigkeitsgrad und eine größere Wasseraufnahme besitzt, also undichter und wasseraufnahmefähiger ist als erdfeucht angemachter, steht theoretisch mit der vielfach herrschenden Anschauung über die günstigen Dichtigkeitsverhältnisse von wasserreich verarbeitetem Mörtel und Beton in Widerspruch, und zwar gründet sich diese Ansicht darauf, daß man in der Praxis häufig die Erfahrung gemacht hat, daß weich oder gußgerecht angemachter Beton weniger wasserdurchlässig ist als erdfeucht verarbeiteter.

Tatsächlich sind natürlich — und dies haben die im vorstehenden erörterten Versuche bestätigt — wasserreich aufbereitete Mischungen in physikalischem Sinne undichter als gleichartige trocken angemachte (gutes und genügendes Stampfen vorausgesetzt) und müssen es auch sein; denn erstens liegen bei ihnen infolge des größeren Wasserreichtums die einzelnen Teile weiter voneinander als bei erdfeuchten, zumal die Masse nicht gestampft und verdichtet wird und auch nicht so verdichtet werden kann, wie dies bei erdfeuchten der Fall ist; und zweitens hinterläßt im weichen oder flüssigen Beton das nach dessen Abbinden noch vorhandene ungebunden gebliebene Wasser nach seinem Verdunsten zahlreiche mehr oder weniger große Hohlräume, beides Umstände, die notgedrungen eine mehr oder minder große Undichtigkeit zur Folge haben.

Wenn nun trotzdem vielfach Bauwerke aus weich oder flüssig angemachtem Beton sich als wasserdicht erweisen, so hat dies darin seinen Grund, daß erstens die Arbeitsfugen, wenn auch nicht ganz, in Fortfall kommen, so doch auf ein Mindestmaß beschränkt werden; zweitens, weil bei einseitig wirkendem Wasserdruck das Wasser nur langsam in den Beton eindringt, das Bindemittel zum Quellen bringt, wobei der Beton verdichtet wird, und so allmählich das eindringende Wasser, zumal es sich meist um dickwandige Bauwerke handelt, zum Stagnieren gebracht wird, und drittens schließlich, weil die im Beton befindlichen Hohlräume, da sie zum großen Teil ringsum abgeschlossene Bläschen bilden, nicht alle miteinander in Verbindung stehen, so daß das Wasser sich nicht ungehemmt kapillarisch fortbewegen kann.

So erklärt es sich, daß wasserreich angemachter Beton unter Umständen, wenn auch weniger fest ist, so doch dichter zu sein scheint, als weniger naß aufbereiteter.

An sich ist und bleibt gut aufbereiteter, erdfeuchter, genügend gestampfter Beton auf alle Fälle, wenn man von den schädlich wirkenden Arbeitsfugen absieht, dichter und weniger wasserdurchlässig als unter gleichen Bedingungen weich oder flüssig angemachter.

Digitized by Google

Der Einfluß des Zusatzes von Gesteins- und Tonmehl auf die Erhärtung bzw. Festigkeit von Zement- und Kalkmörtel.

Von **H. Burchartz**[1].

A. Zweck und Umfang der Versuche.

Durch Untersuchungen über den Einfluß des Zusatzes von Steinmehl (im Vergleich zu Traß) auf die Festigkeit von Zementmörtel[2] hat Verf. nachgewiesen, daß Steinmehl aus inertem Material, d. h. aus solchem, von dem irgendwelche chemische Wechselwirkung mit Zement bzw. mit beim Erhärten des Zementes freiwerdendem Kalk nicht zu erwarten ist, die Festigkeit von Zementmörtel bzw. -beton zu steigern vermag, wenn der Mörtel oder Beton mit wenig Wasser (erdfeucht) angemacht wird, die Festigkeit jedoch herabmindert, wenn der Mörtel oder Beton wasserreich aufbereitet wird. Das zu diesen Versuchen benutzte Steinmehl war reiner Quarz. Es schien von Belang, auch den Einfluß des Zusatzes weiterer natürlicher Stoffe in Mehlform auf die Erhärtung bzw. Festigkeit von Mörtel, und zwar nicht nur von Zementmörtel, sondern auch von Kalkmörtel kennenzulernen. Zu diesem Zwecke wurden die nachstehend besprochenen Versuche ausgeführt.

Als Zuschlagstoffe wurden gewählt: Kalkstein, Rohgips, Granit und Ton[3]. Diese Stoffe (der Ton, nachdem er vorher getrocknet war) wurden so fein gemahlen, daß die gewonnenen Mehle auf dem 900-Maschinen-Siebe keinen Rückstand mehr hinterließen.

Zur Prüfung gelangten Zement- und Kalkmörtel, und zwar folgende Mischungen:

a) 1 Rtl. Portlandzement + 3 Rtl. Bausand;

b) 1 Rtl. Kalkteig + 3 Rtl. Bausand.

Diese Mörtel wurden rein und mit 0,25 und 0,5 Rtl. Zusatz an vorgenannten Mehlarten auf Druckfestigkeit nach 28 Tagen, 6 Monaten, 1 Jahr Lagerung an der Luft[4] geprüft. Die Mörtel wurden erdfeucht angemacht.

Leider war bei Inangriffnahme der Versuche das Ergebnis der eingangs erwähnten Untersuchungen über die Wirkung des Zusatzes von Steinmehl und Traß auf Zementmörtel nicht bekannt, sonst wären die gleichen Versuche mit weich angemachtem Mörtel ausgeführt worden, da diese wahrscheinlich zum Teil andere Ergebnisse geliefert haben würden als diejenigen mit erdfeucht angemachtem Mörtel.

Der zu den Versuchen benutzte Zement war Portlandzement, der Kalkteig der bekannte Normenkalk und der Sand ein reiner gemischt-körniger Kiessand, der durch Absieben von Cossebauder Kies auf dem Siebe mit 4 Maschen auf 1 cm² gewonnen war.

[1] Original: Zement Bd. 14, Nr. 36, S. 745/48. 1925.

[2] Burchartz: Kann Traß durch anderes Steinmehl ersetzt werden? Zement, H. 15/16. 1925, und Mitteilungen aus dem Staatlichen Materialprüfungsamt 1925, dieses Sonderheft S. 32.

[3] Der Ton war roter Cadiner Ton.

[4] Ursprünglich war beabsichtigt, die Versuche auch mit Probekörpern auszuführen, die unter Wasser lagerten. Diese Absicht konnte indessen wegen Mangel an Zeit nicht durchgeführt werden.

B. Herstellung der Mörtelmischungen[1] und Probekörper.

a) Zementmörtel.

Zement und Sand wurden zunächst 1 Min. lang trocken und dann nach Zusatz des Wassers ½ Min. lang naß in einer Schüssel von Hand gemischt und hierauf im Mörtelmischer Steinbrück-Schmelzer unter Anwendung von 20 Schüsselumdrehungen durchgearbeitet.

b) Kalkmörtel.

Kalkteig und Sand wurden zunächst von Hand gut durchgemischt und dann im Traßkollergang, Bauart Hilden, unter Anwendung von 25 Schalenumdrehungen durchgearbeitet.

Bei den Mischungen mit Stein- bzw. Tonmehl wurden zunächst Zement bzw. Kalkteig mit den Mehlen gut durchgemischt und hierauf diesem Gemisch der Sand zugesetzt. Dann wurde verfahren, wie unter a bzw. b beschrieben.

Der Wasserzusatz für die Zementmörtel wurde so bemessen, daß die Mörtel erdfeuchte Beschaffenheit erlangten. Die Mischungen aus Kalkteig wurden, da sie zum Einschlagen zu feucht waren, auf Gipsplatten zunächst so lange gelagert, bis sie den zum Einschlagen erforderlichen Feuchtigkeitsgrad erreicht hatten.

Die Mörtel wurden im Hammerapparat, Bauart Böhme, unter Anwendung von 150 Schlägen in die Formen eingeschlagen. Die Probekörper lagerten an der Luft im Zimmer. Die Zementmörtelproben wurden vom 2. bis 7. Tage täglich einmal angefeuchtet.

C. Versuchsergebnisse.

Die Ergebnisse der Versuche sind in den Zahlentafeln 1 bis 3 verzeichnet, und zwar enthält:

Tafel 1 die Ergebnisse der Prüfung der verwendeten Zuschläge sowie des Zements auf chemische Zusammensetzung.

Tafel 2 die Ergebnisse der Druckversuche.

Tafel 3 die Werte der an den Druckprobekörpern (1 Tag und 1 Jahr alt) vorgenommenen Raumgewichtsbestimmungen.

[1] Bei der Herstellung der Mörtelmischungen wurde als Einheitsgewicht für die nach Raumteilen zu mischenden Stoffe das Litergewicht eingefüllt zugrunde gelegt und an Stelle eines Liters verarbeitet für

Zement	1,160 kg/l	
Kalkteig (Weißkalk). .	1,380 „	
Sand (trocken)	1,630 „	
Kalksteinmehl	1,040 „	($s = 2{,}73$)
Rohgipsmehl	0,870 „	($s = 2{,}53$)
Granitmehl	0,960 „	($s = 2{,}72$)
Tonmehl	0,780 „	($s = 2{,}66$).

Der Wassergehalt des Kalkteiges betrug 44,6%. In 1 l Kalkteig waren also 0,765 kg Kalkhydrat (Pulver) enthalten, was (1 l Kalkhydrat eingelaufen zu 0,430 kg angenommen) etwa 1,8 l Kalkpulver entspricht. Der Kalkmörtel wird also wesentlich fester als der Zementmörtel.

Digitized by Google

Tafel 1. Chemische Zusammensetzung der Zuschläge.

Material	Chemische Zusammensetzung: Gehalt in % an: Glühverlust	in Salzsäure Unlöslichem	lösl. Kieselsäure SiO_2	Eisenoxyd u. Tonerde $FeO_3 + Al_2O_3$	Kalk CaO	Magnesia MgO	Schwefelsäure SO_3	Rest (nicht bestimmt)
Zement . . .	3,60	—	23,40	8,60	60.00	0.72	2,00	1,68
Kalkstein . .	43,04	—	0,52	1,40	54.80	0.18	—	0,06
Rohgips. . .	16,08	5.32	—	1,40	33,60	1,81	40,67	1,12
Granit ohne Aufschluß	10,00	82.08	—	7,60	—	—	0,20	0,12
Granit aufgeschlossen	10,00	—	76,60	12,20	0,80	0,12	0,20	0,08
Ton ohne Aufschluß	—	91,28	—	7,40	—	—	0,55	0.77
Ton aufgeschlossen	—	—	52,60	37,80	5,20	2,95	0,60	0,85

Tafel 2. Ergebnisse der Druckversuche. Mittelwerte aus je 5 Einzelversuchen. Probeform: Würfel in Normalformat. Gedrückte Fläche 50 cm².

Mörtelmischung in Rtl.	Wasser-Zusatz %	Druckfestigkeit in kg/cm² nach 28 Tg.	3 Mon.	1 Jahr	Verhältniszahl: Festigkeit der Mörtel ohne Zusatz = 100 gesetzt 28 Tg.	3 Mon.	1 Jahr
Zementmörtel.							
1 Zement + 3 Sand + 0 Zusatz	6.5	245	283	338	100	100	100
1 Zement + 3 Sand + 0,25 Kalksteinmehl	6,7	271	298	349	111	105	103
1 Zement + 3 Sand + 0,5 Kalksteinmehl	6,9	274	305	357	112	108	106
1 Zement + 3 Sand + 0,25 Rohgipsmehl	6,7	177	205	281	72	72	83
1 Zement + 3 Sand + 0,5 Rohgipsmehl	6.9	200	230	297	82	81	88
1 Zement + 3 Sand + 0,25 Granitmehl	6.7	329	363	411	134	128	122
1 Zement + 3 Sand + 0,5 Granitmehl	6,9	324	361	405	132	128	120
1 Zement + 3 Sand + 0,25 Tonmehl	6,0	278	315	373	113	111	110
1 Zement + 3 Sand + 0,5 Tonmehl	6,3	261	289	326	107	102	96
Kalkmörtel.							
1 Kalkteig + 3 Sand + 0 Zusatz	4,9[1]	14	18	25	100	100	100
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,25 Kalksteinm.	4,7[1]	15	20	28	107	111	112
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,5 Kalksteinmehl	5,3[1]	26	32	43	186	178	172
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,25 Rohgipsmehl	4,1[1]	13	15	23	93	83	92
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,5 Rohgipsmehl	4,3[1]	14	17	25	100	94	100
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,25 Granitmehl	4,7[1]	19	24	34	136	133	136
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,5 Granitmehl	5,1[1]	13	21	25	93	117	100
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,25 Tonmehl	4,0[1]	6	9	9	43	50	36
1 Kalkteig + 3 Sand + 0,5 Tonmehl	4,0[1]	3	4	5	21	22	20

[1] Wassergehalt durch Abdampfen bestimmt.

Tafel 3. Raumgewicht der 1 Tag und 1 Jahr alten Probekörper nach Tafel 2. Mittelwerte aus je 5 Einzelversuchen.

Mörtelmischung in Rtl.	Raumgewicht in g/cm³ nach 1 Tag	1 Jahr
Zementmörtel.		
1 Zement + 3 Sand + 0 Zusatz	2.27	2,23
1 „ + 3 „ + 0,25 Kalksteinmehl	2,33	2,28
1 „ + 3 „ + 0,5 „	2,35	2.29
1 „ + 3 „ + 0,25 Rohgipsmehl	2,32	2.27
1 „ + 3 „ + 0,5 „	2,36	2.30
1 „ + 3 „ + 0,25 Granitmehl	2,34	2,29
1 „ + 3 „ + 0,5 „	2.38	2.32
1 „ + 3 „ + 0,25 Tonmehl	2,35	2,30
1 „ + 3 „ + 0,5 „	2.39	2,33
Kalkmörtel.		
1 Kalkteig + 3 Sand + 0 Zusatz	1,96	1,98
1 „ + 3 „ + 0.25 Kalksteinmehl	1,98	1,99
1 „ + 3 „ + 0,5 „	2,06	2.07
1 „ + 3 „ + 0.25 Rohgipsmehl	1,88	1,90
1 „ + 3 „ + 0,5 „	1,87	1,90
1 „ + 3 „ + 0.25 Granitmehl	2,01	2,02
1 „ + 3 „ + 0,5 „	1.94	1.94
1 „ + 3 „ + 0,25 Tonmehl	1,81	1,82
1 „ + 3 „ + 0,5 „	1,76	1,77

Die Festigkeits- und Raumgewichtswerte sind Mittel aus je 5 Einzelversuchen.

Von der Wiedergabe der Einzelwerte ist wegen Raummangels abgesehen worden. Es mag indessen bemerkt werden, daß die Einzelwerte jeder Reihe außerordentlich übereinstimmten, die Durchschnittswerte also auf volle Zuverlässigkeit Anspruch machen können.

Zur leichteren Übersicht sind die Festigkeits- und Raumgewichtswerte in Abb. 1 zeichnerisch dargestellt. Der Grad der durch die Zusätze bewirkten Festigkeitsänderungen ist durch die Verhältniszahlen (Festigkeit der Mörtel ohne Zusatz = 100 gesetzt) zur Anschauung gebracht.

D. Schlußfolgerung.

1. Festigkeit.

a) Zementmörtel.

Die Festigkeit von Zementmörtel wird durch den Zusatz von Kalkstein- und Granitmehl und bei geringem Zusatz von Tonmehl erhöht, bei höherem Zusatz von Tonmehl und durch den Zusatz von Gipsmehl dagegen verringert.

Am größten ist die Festigkeitssteigerung bei Zusatz von 0,50 Teilen Granitmehl. Sie beträgt rund 28%. Den größten Festigkeitsverlust bewirkt der Zusatz von 0,25 Teilen Gipsmehl. Er beträgt rund 25%. Auffallenderweise ist die Festigkeitseinbuße durch größeren Zusatz (0,5) Gipsmehl geringer (im Mittel 16%) als die durch den geringeren Zusatz.

b) Kalkmörtel.

Die Festigkeit des Kalkmörtels wird durch Zusatz von Kalkstein- und Granitmehl mehr oder weniger erhöht, durch Zusatz von Rohgips- und Tonmehl mehr oder minder herabgesetzt. Besonders groß ist die Festigkeitssteigerung durch das Kalksteinmehl, und in diesem Falle am größten durch den Zusatz von 0,5 Teilen dieses

Digitized by Google

Mehles. Sie beträgt im Mittel 79%. Auffallend hoch ist die Festigkeitseinbuße, die der Kalkmörtel durch Zusatz von Tonmehl erleidet, und die um so höher ist, je größer der Zusatz an Tonmehl ist. Bei 0,25 Teilen Tonmehlzusatz beträgt die Festigkeitsverminderung im Mittel 57% und bei 0,5 Teilen sogar 79%.

2. Raumgewicht.

a) Zementmörtel.

Das Raumgewicht der Zementmörtelproben wird durch Zusatz von Steinmehl in allen Fällen vermehrt, was darauf schließen läßt, daß die angewendete Zementmörtelmischung (1 : 3) undicht ist und durch den Zusatz von Feinstoff verdichtet wird. Zufällig wird das

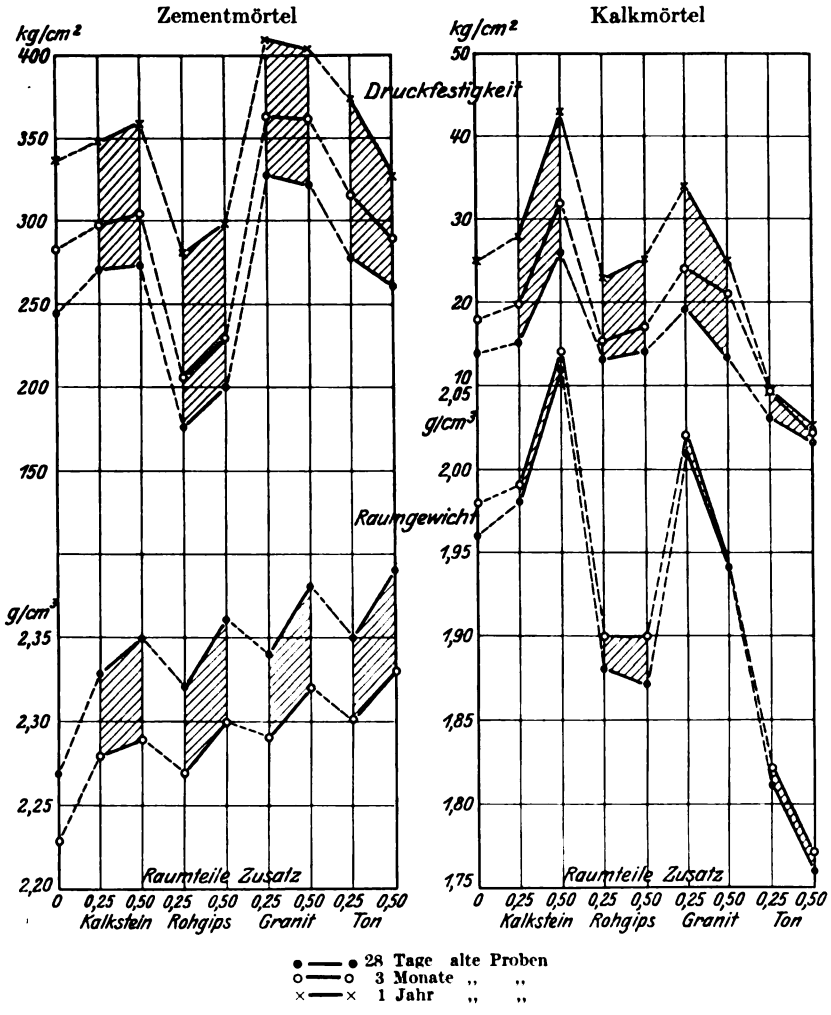


Abb. 1. Darstellung der Ergebnisse der Druckversuche und Raumgewichtsbestimmungen nach Zahlentafel 2 und 3.

Raumgewicht in der Reihenfolge, in der die Mehle geordnet sind, zunehmend erhöht, wie dies deutlich die Schaulinien erkennen lassen, und zwar durch den Zusatz von 0,5 Teilen der Mehle in höherem Grade als durch den von 0,25 Teilen.

Der Verlauf der Schaulinien für jeden einzelnen Feinstoff läßt erkennen, daß selbst über den Zusatz von 0,5 Teilen hinaus das Raumgewicht noch gesteigert werden würde.

Die Beziehungen zwischen Raumgewicht und Festigkeit sind bei Zementmörtel keineswegs gesetzmäßig. So hätte z. B. der Gipsmehlzusatz angesichts der durch ihn hervorgerufenen Raumgewichtserhöhung auch die Festigkeit steigern müssen. Dies ist aber nicht der Fall, im Gegenteil verursacht er eine ziemlich starke Festigkeitsverminderung, was darauf schließen läßt, daß irgendwelche chemische Wechselwirkungen zwischen dem Zement und Gips eintreten, die eine schlechte Erhärtung des Mörtels und daher eine Festigkeitsabnahme herbeiführen, die auch nicht durch die Raumgewichtssteigerung ausgeglichen wird.

Könnte man von dem Grade der Raumgewichtsänderung auf den der Festigkeitsänderung schließen, so hätte z. B. der Zusatz an Tonmehl, der die stärkste Raumgewichtserhöhung bewirkt hat, auch die größte Festigkeitssteigerung herbeiführen müssen. Dies trifft indessen nicht zu. Am stärksten wird die Festigkeit durch das Granitmehl erhöht, obgleich es das Raumgewicht weniger stark vermehrt als das Tonmehl.

b) Kalkmörtel.

Bei Kalkmörtel liegen die Verhältnisse wesentlich anders. Während man hätte annehmen sollen, daß die Steinmehle das Raumgewicht der Kalkmörtelproben in gleicher oder wenigstens ähnlicher Weise hätten beeinflußt wie das der Zementmörtelproben, ist dies keineswegs der Fall. In nur zwei Fällen wird das Raumgewicht erhöht, nämlich durch Kalkstein- und Granitmehl. In den beiden anderen Fällen (Rohgips- und Tonmehl) wird dagegen eine geringere oder größere Raumgewichtsverringerung herbeigeführt. Ganz besonders ungünstig wirkt in dieser Beziehung der Zusatz von Tonmehl, wie der Verlauf der entsprechenden Schaulinien in Abb. 1 deutlich erkennen läßt. Dies zunächst auffällige Ergebnis ist damit zu erklären, daß der an sich dichte (weil sehr fette) Kalkmörtel durch den Zusatz von Feinstoff nicht wie der undichte (magere) Zementmörtel weiter verdichtet, sondern im Gegenteil undicht gemacht wird.

Daß die Proben mit Kalkstein- und Granitmehlzusatz höheres Raumgewicht[1] aufweisen als die Proben aus Mörtel ohne Zusatz, erklärt sich damit, daß das spezifische Gewicht dieser Mehle sehr hoch ist (s. S. 38) und infolgedessen auch das Raumgewicht der daraus erstellten Probekörper verhältnismäßig groß wird. Der Dichtigkeitsgrad[1] dieser Mörtelproben dürfte kaum höher sein als der der übrigen.

Merkwürdigerweise sind die Beziehungen zwischen Raumgewicht und Festigkeit bei Kalkmörtel

[1] Der Verfasser hat wiederholt darauf hingewiesen und auch durch Versuche dargetan, daß das Raumgewicht nicht in allen Fällen maßgebend ist für den Dichtigkeits- bzw. Undichtigkeitsgrad von Mörtel oder Beton.

Digitized by Google

überaus gesetzmäßig. Die die Raumgewichts- und Festigkeitswerte darstellenden Schaulinien verlaufen nahezu parallel. Trotzdem ist nicht anzunehmen, daß die Erhöhung oder Verminderung des Raumgewichts in allen Fällen allein die Festigkeitszunahme oder -abnahme der Mörtel herbeigeführt hat. Es ist z. B. mit Sicherheit anzunehmen, daß das Kalksteinmehl hauptsächlich chemisch eine günstige Wirkung auf den Kalkmörtel ausgeübt hat, die im vorliegenden Falle um so günstiger ist, je höher der Zusatz an Kalksteinmehl ist. Ebensowenig kann die außerordentlich starke Raumgewichtsverringerung, die der Kalkmörtel durch Zusatz von Tonmehl erfahren hat, die große Festigkeitsverminderung dieses Mörtels herbeigeführt haben. Auch hier muß eine andere als mechanische Wirkung an den ungünstigen Erhärtungsverhältnissen schuld sein. Möglicherweise haben die feinen Tonteilchen, die bei Berührung mit Wasser kolloidal quellen, die Kalkteilchen zum Teil umhüllt und so deren Umwandlung in kohlensauren Kalk, auf welchem Vorgang bekanntlich die Erhärtung des Kalkmörtels bzw. des darin befindlichen Kalkhydrates beruht, verhindert. Die durch Zusatz von Granitmehl bewirkte Festigkeitserhöhung des Kalkmörtels ist wahrscheinlich ebenso wie bei dem Zementmörtel im wesentlichen auf das feste Gefüge (Eigenfestigkeit) der Teilchen dieses Gesteinmehls zurückzuführen.

Die vorliegenden Versuchsergebnisse lehren, daß man mit dem Zusatz von Steinmehl bei der Bereitung von Mörtel und Beton, sei es aus Zement oder Kalk, mit Vorsicht verfahren muß, wobei noch zu berücksichtigen ist, daß die Versuche mit erdfeuchtem Mörtel ausgeführt worden sind; denn es ist anzunehmen, daß bei wasserreich (weich oder flüssig) angemachtem Mörtel oder Beton, wie die eingangs erwähnten Versuche mit Steinmehl und Traß gezeigt haben, durch Zusatz von Steinmehl in allen Fällen wahrscheinlich, vielleicht abgesehen von dem Kalksteinmehl im Falle des Kalkmörtels, eine Festigkeitsverminderung eingetreten wäre.

Dichtigkeit und Festigkeit von Kiesbeton im Vergleich zu Kiessplittbeton.

Von **H. Burchartz**[1].

In den Beratungen des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton über die Festsetzung einer bestimmten Mindestmenge Zement für Eisenbeton in den neuen „Bestimmungen für die Ausführung von Bauwerken in Eisenbeton" wurde unter anderem darauf hingewiesen, daß eine die rostsichere Umhüllung der Eiseneinlagen gewährleistende Dichtigkeit auch ohne Innehaltung der vorgeschriebenen Mindestmenge Zement von 300 kg auf 1 cbm fertig verarbeiteten Beton erzielt werden könne, wenn der Zuschlagstoff in seinen Körnungen zweckentsprechend zusammengesetzt sei. Insbesondere wurde von verschiedenen Seiten als geeignetes Mittel hierzu Steinsplitt empfohlen, der, in zweckmäßiger Menge dem Kies bzw. Kiessand zugesetzt, es gestattet, den Beton in weniger fetter Mischung als mit Kies allein herzustellen und dabei einen für Eisenbetonzwecke genügend dichten und festen Beton zu erzielen.

Um Aufschluß darüber zu gewinnen, ob und inwieweit diese Ansicht zutreffend sei, wurden vergleichende Dichtigkeits- und Festigkeitsversuche mit folgenden Betonmischungen ausgeführt:

a)	1 Rtl.	Zement	+ 4	Rtl.	Kiessand			
b)	1 „	„	+ 5	„	„			
c)	1 „	„	+ 6	„	„			
d)	1 „	„	+ 3	„	„	+ 1½	Rtl.	Granitsplitt
e)	1 „	„	+ 3½	„	„	+ 1¾	„	„
f)	1 „	„	+ 4	„	„	+ 2	„	„

Die zur Herstellung der Betonmischungen verwendeten Materialien waren:

1. Portlandzement mit 423 kg/cm² Druckfestigkeit nach 28 Tagen kombinierter Lagerung.

2. Cossebauder Kies bzw. Kiessand von 0 bis 25 mm Korn[2].

3. Granitsplitt von 5 bis 25 mm Korn.

Das Verhältnis von Kiessand zu Splitt in den Mischungen d bis f war 2 : 1 nach Raumteilen[1]. Die Mischungsverhältnisse der Betonmischungen mit Splittzusatz waren so gewählt, daß sie annähernd denen der Kiesbetonmischungen entsprachen.

Da, wie später festgestellt wurde, 1 l des Kiessplittgemisches, eingefüllt, durchschnittlich 1,60 kg (s. Tafel 1) wog, betrug das Verhältnis von Zement zu Kiessplittgemisch nach Raumteilen für Mischung

d . . 1 : 4,1
e . . 1 : 4,8
f . . 1 : 5.

Hiernach ist die Mischung d um ein weniges magerer als die Kiesbetonmischung a, die Mischungen e und f dagegen sind etwas fetter als die entsprechenden Mischungen b und c.

Wir werden weiter unten sehen, daß diese Schlußfolgerung übereinstimmt mit dem Befunde der an den Betonmischungen vorgenommenen Ergiebigkeitsbestimmungen sowie mit dem Ergebnis der Berechnung der Gewichtsmenge Zement auf 1 m³ fertig verarbeiteten Beton bzw. auf 1 m³ Zuschlagstoff.

Aus den obengenannten 6 Betonmischungen wurden Würfel von 20 cm Kantenlänge hergestellt.

Bei der Zusammensetzung der Mischung wurden als Einheitsgewichte der Betonstoffe deren im 10-l-Gefäß ermittelten durchschnittlichen Raum- (Liter-) Gewichte (eingefüllt) zugrunde gelegt, und zwar wurden an Stelle eines Liters verarbeitet für

Zement	1,170 kg
Kiessand	1,530 kg
Granitsplitt	1,330 kg.

[1] Original: Zement 15, S. 151/55 (1926).

[2] 1 l Kiessand (trocken) wog im Mittel eingelaufen 1,830 kg, eingerüttelt 2,050 kg. Sein spez. Gewicht betrug 2,610; sein Dichtigkeitsgrad u. $\frac{Kr}{s} : d = 0{,}790$ r., sein Undichtigkeitsgrad $1 - d = u/r\ 0{,}210$.

[1] Dies Verhältnis wurde gelegentlich der Beratungen des Ausschusses als zweckmäßig empfohlen.

Digitized by Google

Tafel 1. Gewichtsmenge an Einzelbestandteilen in 1 m³ frisch verarbeitetem (gestampftem) Beton und Gewichtsmenge Zement auf 1 m³ Zuschlagstoff.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
Mischung in Rtl.			Wasserzusatz %	Angewandte Gewichtsmengen der Betonstoffe in kg				Gesamtgewicht der Betonstoffe Al in kg	Mittleres Gewicht G eines frisch gestampften Betonwürfels von 20 cm Kantenlänge in kg	Raumgewicht $r = \frac{G}{8}$ in kg/l	Gesamtmenge d gewonnenen Betons, frisch gestampft, $\frac{At}{r}$ in l	Gewichtsmenge Betonstoffe in kg in 1 m³ frisch gestampftem Beton				Gewichtsmenge Zement auf 1 m³ Zuschlagstoff kg
Zement	Kiessand	Splitt		Zement	Kiessand	Splitt	Wasser					Zement	Kiessand	Splitt	Wasser	
1	4	—[1]	5,7	9,36	48,96	—	2,5	60,82	18,72	2,340	26,0	360	1880	—	100	290
1	5	—	5,0	8,19	53,55	—	2,2	63,94	18,42	2,300	27,8	295	1925	—	80	235
1	6	—	4,4	7,02	55,08	—	1,8	63,90	18,05	2,260	28,3	250	1950	—	60	200
1	3	$1^1/_2$ [2]	5,0	9,36	36,72	15,96	2,5	64,54	19,36	2,420	26,7	350	1380	600	90	280
	1 : 4,1															
1	$3^1/_2$	$1^3/_4$ [2]	4,6	8,19	37,48	16,30	2,2	64,17	18,88	2,360	27,2	300	1380	600	80	240
	1 : 4,8															
1	4	2 [2]	4,5	7,02	36,72	15,96	2,1	61,80	18,64	2,330	26,5	270	1380	600	80	210
	1 : 5,5															

Der Kiessand enthielt 1,6% Wasser, der Splitt war trocken. Der Wasserzusatz zum Beton wurde so gewählt, daß die fertige Betonmasse erdfeuchte Beschaffenheit hatte (s. Tafel 1, Spalte 4).

Die Betonmasse wurde schichtenweise in eiserne Formen gestampft. Die Probekörper lagerten an der Luft im Zimmer, vom 2. bis 7. Tage täglich einmal gefeuchtet. Sie wurden bei 28 Tagen Alter geprüft.

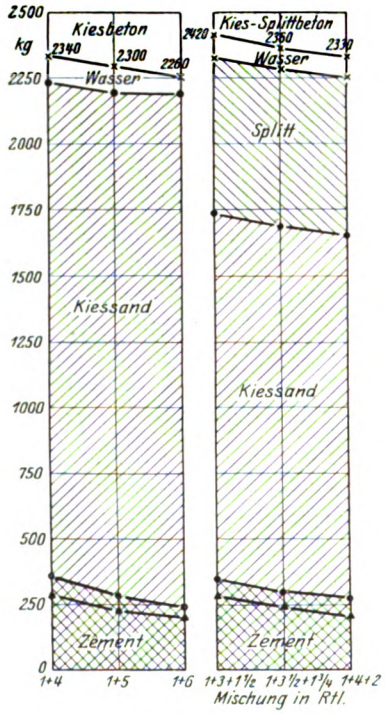


Abb. 1. Zusammensetzung der Betonmischungen nach Tafel 1. ▲—▲ Gewichtsmenge Zement auf 1 m³ Zuschlagstoff.

[1] Bei den Mischungen 1 + 4 und 1 + 3 + $1^1/_2$ wurde das Achtfache, bei den Mischungen 1 + 5 und 1 + $3^1/_2$ + $1^3/_4$ das Siebenfache und bei den Mischungen 1 + 6 und 1 + 4 + 2 das Sechsfache der Gewichtsmenge an Betonstoffen zur Bereitung des Betons verwendet (s. Spalte 5 bis 8).

[2] In den Mischungen mit Kies-Splittgemisch entspricht die Summe der Raumteile an Kies + Splitt unter Zugrundelegung des für das Kies-Splittgemisch (2 : 1) ermittelten Litergewichts (eingefüllt) von 1,60 kg für das Gemisch:

3 Kies + $1^1/_2$ Splitt rund 4,1 l
$3^1/_2$ „ + $1^3/_4$ „ „ 4,8 l
4 „ + 2 „ „ 5,5 l.

Um die Zusammensetzung der fertig verarbeiteten Betonmischungen, d. h. des Gehalts des frischen Betons an Einzelstoffen dem Gewicht nach berechnen zu können, wurden die Probekörper jeder Mischung sofort nach Fertigung gewogen und aus dem Gewicht das Raumgewicht des Betons bestimmt.

Aus den Gewichtsmengen der zur Herstellung der Mischungen verwendeten Einzelstoffe (s. Spalten 4 bis 8, Tafel 1) wurde unter Zugrundelegung des mittleren Raumgewichts des Betons die Gewichtsmenge des gewonnenen frisch gestampften Betons jeder Mischung (s. Spalte 12, Tafel 1) und auf Grund dieser Ermittlungen die Gewichtsmenge der Einzelstoffe in jeder Mischung (Spalten 13 bis 16, Tafel 1) berechnet. Schließlich wurde noch die Gewichtsmenge Zement, die auf 1 m³ gesamten Zuschlagstoff (eingefüllt) jeder Mischung entfällt, berechnet (Spalte 17, Tafel 1).

Das Ergebnis aller dieser Bestimmungen ist in Tafel 1 enthalten und in Abb. 1 zeichnerisch dargestellt. Nach diesem Befunde sind in 1 m³ frisch gestampftem Beton an Zement enthalten und kommen an Zement auf 1 m³ Gesamtzuschlagstoff:

	Zementmenge in 1 m³ Beton auf	1 m³ Zuschlag
Mischung a	360 kg	290 kg
Mischung b	295 „	235 „
Mischung c	250 „	200 „
Mischung d	350 „	280 „
Mischung e	300 „	240 „
Mischung f	270 „	210 „

Hiernach ist die Kiesbetonmischung a etwas reicher an Zement, also fetter, als die Kiessplittbetonmischung d, während die Kiesbetonmischungen b und c etwas ärmer an Zement, also magerer sind als die Kiessplittbetonmischungen e und f.

Um eine Übersicht darüber zu gewinnen, welche Beziehungen zwischen dem Zementgehalt der einzelnen Mischungen und deren Dichtigkeitsverhältnissen bestehen, ist das spezifische Gewicht und Raumgewicht des Materials der 6 Betonmischungen am erhärteten Beton bestimmt und hieraus der Dichtigkeits- und Un-

Digitized by Google

dichtigkeitsgrad des Betons berechnet worden[1]. Die Ergebnisse sind in Tafel 2 verzeichnet. Aus ihnen geht hervor, daß die Kiessplittbetonmischungen einen geringeren Undichtigkeitsgrad, d. h. einen geringeren Gehalt an Hohlräumen aufweisen, also dichter sind als die Kiesbetonmischungen.

Tafel 2. Gewichts- und Dichtigkeitsverhältnisse des erhärteten Betons. Am trockenen Material bestimmt.

Mischung in Rtl.			Spezifisches Gewicht	Raumgewicht	Dichtigkeitsgrad	Undichtigkeitsgrad
Zement	Kiessand	Splitt	s	r	$d = \frac{r}{s}$	u = 1 − d
1	4	—	2,610	2,240	0,860	0,140
1	5	—	2,620	2,210	0,840	0,160
1	6	—	2,620	2,150	0,820	0,180
1	3	$1^1/_2$ (1 : 4,1)	2,610	2,320	0,890	0,110
1	$3^1/_2$	$1^3/_4$ (1 : 4,8)	2,620	2,280	0,870	0,130
1	4	2 (1 : 5,5)	2,620	2,240	0,850	0,150

Setzt man den Undichtigkeitsgrad der Kiessplittbetonmischungen = 100, so ergibt sich die Verhältniszahl für den Undichtigkeitsgrad der Kiesbetonmischungen

a : 78,
b : 81,
c : 83,

d. h. der Undichtigkeitsgrad der Kiessplittbetonmischungen ist um 22, 19 und 17% geringer als der der Kiesbetonmischungen.

An dieser Stelle sei mit Rücksicht auf die vorstehend besprochenen Versuchsergebnisse nochmals betont, daß, wenn auch im vorliegenden Falle die Raumgewichte und Dichtigkeitsgrade der einzelnen Betonmischungen übereinstimmen, diese Verhältnisse nicht immer zutreffen, und es zwecks richtiger und zuverlässiger Bewertung der wahren Porosität (Undichtigkeitsgrad, Porenvolumen) von Mörtel und Beton nötig ist, stets den Dichtigkeits- bzw. Undichtigkeitsgrad selbst zu bestimmen; denn nur dieser allein läßt die wirklichen Dichtigkeitsverhältnisse zuverlässig erkennen, während das Raumgewicht unter Umständen wohl einen Anhalt für die Beurteilung der Dichtigkeit bezw. Undichtigkeit abgeben kann, auf keinen Fall aber ein sicherer Maßstab hierfür ist.

Auf Grund der vorliegenden Versuchsergebnisse könnte man festlegen, welchen Dichtigkeitsgrad Beton, der als dicht, d. h. rostschützend, angesehen werden soll, aufweisen muß. Nach Ansicht des Verf. wäre es berechtigt, zu fordern, daß der Dichtigkeitsgrad von Eisenbeton mindestens 0,850 oder der Undichtigkeitsgrad also dementsprechend höchstens 0,150 beträgt. Eine dahingehende Vorschrift hätte auch den Vorteil, daß in allen Fällen, in denen es sich darum handelt, den Nachweis zu liefern, ob Beton genügend dicht ist, bzw. den Anforderungen entspricht, die an dichten Beton zu stellen sind, möglich ist, nachzuprüfen, ob die Vorschrift innegehalten ist, während es nicht immer möglich ist, auf dem Versuchswege mit Sicherheit nachzuweisen, ob Beton die vorschriftsmäßige Menge Zement enthält.

Tafel 3. Ergebnisse der Druckversuche. Würfel von 20 cm Kantenlänge. Alter der Proben: 28 Tage.

Mischung in Rtl.	Versuch Nr.	Wasserzusatz %	Raumgewicht g/cm³	Druckfestigkeit in kg/cm²
1 Zement + 4 Kiessand	1			312
	2			324
	3			296
	Mittel	5,7	2,320	**311**
1 Zement + 5 Kiessand	1			250
	2			239
	3			250
	Mittel	5,0	2,280	**246**
1 Zement + 6 Kiessand	1			192
	2			182
	3			194
	Mittel	4,4	2,230	**189**
1 Zement + 3 Kiessand + $1^1/_2$ Granitsplitt	1			431
	2			379
	3			417
	Mittel	5,0	2,390	**409**
1 Zement + $3^1/_2$ Kiessand + $1^3/_4$ Granitsplitt	1			311
	2			282
	3			300
	Mittel	4,6	2,330	**298**
1 Zement + 4 Kiessand + 2 Granitsplitt	1			287
	2			262
	3			272
	Mittel	4,5	2,320	**274**

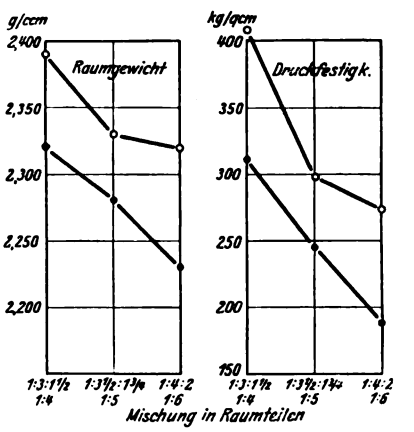


Abb. 2. Raumgewicht und Druckfestigkeit der Betonmischungen nach Tafel 3.

●——● Kiesbetonmischungen.
○——○ Kiessplittbetonmischungen.

[1] Vielfach wird als Maßstab für den Dichtigkeitsgrad von Beton oder Mörtel das Raumgewicht angesehen. Verfasser steht grundsätzlich auf dem Standpunkt, daß das Raumgewicht kein sicherer und zuverlässiger Maßstab für die wahre Porösität, also den wirklichen Dichtigkeitsgrad ist, da das Raumgewicht nicht nur von dem Grade der Porösität des Materials, sondern auch von dem spez. Gewicht der Einzelstoffe abhängig ist.

Digitized by Google

Die Ergebnisse der mit den 28 Tage alten Betonkörpern ausgeführten Druckversuche sind in Tafel 3 verzeichnet und die Durchschnittswerte nebst den mittleren Raumgewichten der Betonprobekörper (vor der Prüfung) in Abb. 2 zeichnerisch dargestellt. Hieraus ist folgendes zu ersehen:

Die Mischung d weist, obwohl sie einen um 3% geringeren Gehalt an Zement aufweist als Mischung a, eine um 32% höhere Festigkeit auf als diese. Die beiden anderen Kiessplittbetonmischungen d und f, von denen die eine nur etwa 2, die andere etwa 7,4% mehr Zement enthält als die entsprechenden Kiesbetonmischungen b und c, liefern gegenüber diesen um 20 bzw. 30% höhere Festigkeiten.

Zusammenfassung.

Ebenso wie die Ergebnisse der Dichtigkeitsbestimmung den günstigen Einfluß eines Splittzusatzes auf den Dichtigkeitsgrad erkennen lassen, ist aus den Festigkeitswerten die günstige Wirkung eines solchen Zusatzes auch auf die Festigkeit ersichtlich.

Hiermit ist also der Beweis erbracht, daß der Zusatz von Steinsplitt einem Kiesbeton, auch wenn dieser weniger als 300 kg Zement auf 1 m³ fertig verarbeiteten Beton enthält, die für Eisenbetonzwecke erforderliche Dichtigkeit und Festigkeit zu verleihen vermag, unter der Voraussetzung, daß Kies bzw. Kiessand und Splitt zweckentsprechende Kornzusammensetzung aufweisen.

Beitrag zur Feststellung der mechanischen Zusammensetzung von Mörtel und Beton.

Mischungsverhältnis von Bindemittel zum Zuschlagstoff.

Von V. Rodt[1].

Die nachträgliche Feststellung des Mischungsverhältnisses von verarbeitetem bzw. abgebundenem oder erhärtetem Mörtel oder Beton ist eine oft geforderte Aufgabe, die bezüglich der Art der Ausführung und der Zuverlässigkeit der erhaltenen Ergebnisse bereits ausführlich von Gary[2], Burchartz[3], Seger & Cramer[4], Framm[5], Goslich jr.[6] und Hart[7] behandelt worden ist.

Die Bestimmung beruht, wie hier kurz wiederholt sein möge, auf dem Herauslösen des Zementes aus dem Beton mittels Salzsäure, worauf der unlösliche Zuschlagstoff entweder gewogen oder die lösliche Kieselsäure in der salzsauren Lösung bestimmt wird. Bei gleichzeitiger Bestimmung des Glühverlustes des Betons ist aus dem gefundenen Gehalte an Zuschlagstoff direkt, aus dem Gehalt an Kieselsäure durch Umrechnung dieser mit dem Faktor[8] $\frac{100}{22}$ auf Portlandzement das Mischungsverhältnis von Bindemittel zum Zuschlag (in Gewichtsteilen) berechenbar.

In dem einschlägigen Schrifttum ist auch bereits hervorgehoben worden, daß das Ergebnis ungenau wird, wenn der Zuschlagstoff in Salzsäure lösliche Bestandteile enthält; es sei denn, daß der ursprüngliche Zuschlagstoff noch vorliegt und gleichzeitig auf seinen Kieselsäuregehalt bei gleichartiger Salzsäurebehandlung untersucht werden kann. Es ist auch angeregt worden, bei der Bauausführung Proben der Rohstoffe in sachgemäßer Weise für diese Untersuchung aufzubewahren.

In der an einen Vortrag von Framm sich anschließenden Aussprache[1] über vorliegenden Gegenstand wurde von Framm und Schindler übereinstimmend zum Ausdruck gebracht, daß der Gehalt der meisten Quarzsande an löslicher Kieselsäure meist den Betrag von 0,5% nicht übersteigt.

Zur Veranschaulichung der Auswirkung eines derartigen Betrages von löslicher Kieselsäure im Sande auf das Ergebnis der Berechnung des Mischungsverhältnisses[2] nach Gewichtsteilen möge die Zusammenstellung in Tafel 1 dienen.

Tafel 1.

Mörtel Bindemittel* zu Sand in Gewichtsteilen	Lösliche Kieselsäure im Mörtel bei Verwendung von		Mischungsverhältnis bei Verwendung von	
	reinem Sand	0,5% lösl. Kieselsäure enth. Sand	reinem Sand	0,5% lösl. Kieselsäure enth. Sand
1 : 3	5,20%	5,65%	1 : 3	1 : 2.7
1 : 8	2,38%	2,86%	1 : 8	1 : 6,5

* Bindemittel als Zement mit 20% Wassergehalt berechnet.

Gehalte an löslicher Kieselsäure im Sande bis zur Höhe von 0,5% beeinflussen demnach das Ergebnis der Bestimmung des Mischungsverhältnisses bei fetten Mischungen zwar wenig, bei mageren Mischungen aber sehr beträchtlich.

Da die lösliche Kieselsäure hauptsächlich auf den im Sand enthaltenen Lehm zurückzuführen ist, wurden, um über die Zersetzbarkeit der Lehmsorten bei der hier in Betracht kommenden Behandlung Anhaltspunkte zu gewinnen, aus verschiedenen Teilen Deutschlands stammende Lehmsorten der Behandlung mit konzentrierter und verdünnter Salzsäure und darauffolgender

[1] Original: Zement 17, Nr. 4, S. 138/41 (1928).

[2] Gary: Mitt. d. techn. Vers.Anst. d. techn. Hochschule Charlottenburg 1900, S. 236; Tonind.-Ztg. 1900, S. 422.

[3] Burchartz: Mitt. d. Königl. Mat.Prüf.Amtes 1903, S. 71 und 1906, S. 291; desgl. Zentralbl. Bauverw. 1902, S. 604.

[4] Seger & Cramer: Tonind.-Ztg. 1909, S. 197.

[5] Framm: Prot. d. deutsch. Portlandzem.-Fabr. 1909, S. 265.

[6] Goslich jr.: Tonind.-Ztg. 1926, S. 1495. Es wird hier als Referat aus Ciment ein Verfahren von D. Florentin wiedergegeben, welches mit kalter Salzsäure arbeitet, um Ton und Sand nicht anzugreifen.

[7] Hart: Chem.-Ztg. 1916, S. 1032.

[8] Der Faktor $\frac{100}{22}$ ergibt sich bei Zugrundelegung des Durchschnittsgehaltes von 22% Kieselsäure im Portlandzement.

[1] Siehe Prot. d. deutsch. Portlandzem.-Fabr. 1909, S. 275.

[2] Das Mischungsverhältnis ist nach der später angegebenen Berechnungsweise Nr. 1 berechnet worden.

Digitized by Google

Auslaugung mit 5proz. Sodalösung unterworfen. Die Ergebnisse sind in Tafel 2 zusammengestellt.

Die (verschiedenen) Lehmsorten wurden einmal mit Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,124 (= konzentrierte Salzsäure), das andere Mal mit einer mit 9 Teilen Wasser verdünnten Salzsäure behandelt, worauf in beiden Fällen eine Auslaugung des Salzsäurerückstandes mit einer 5proz. (d. h. 5 g wasserfreies Natriumcarbonat auf 100 ccm Wasser enthaltenden) Sodalösung erfolgte.

Bei Anwendung verdünnter Salzsäure wird demnach durch den Lehmgehalt des Sandes das Untersuchungsergebnis nur wenig beeinflußt werden können.

Durch direkte Bestimmung des Mischungsverhältnisses an besonders zu diesem Zwecke hergestellten Mörtelkörpern bekannter Zusammensetzung wurden die angestellten Betrachtungen weiter verfolgt.

Zu diesem Zwecke wurden die Lehmproben (s. Tafel 2) im Wassertrockenschrank getrocknet und so gefeint,

Tafel 2. Behandlung von Lehmen mit Salzsäure und Sodalösung.

Lehmsorte	Brandenburg		Schlesien		Anhalt		Württemberg		Oberschlesien	
Salzsäure	konzentr.	verdünnt	konzentr.	verdünnt	konzentr.	verdünnt	konzentr.	verdünnt	konzentr.	verdünnt
Gehalt an löslicher SiO_2 der Salzsäure	0,10	0,83	0,03	0,04	0,40	0,59	0,13	0,70	0,96	0,44
Gehalt an löslicher SiO_2 der Sodalösung	11,3	0,81	3,59	0,28	7,05	0,57	8,37	0,79	4,74	0,58
Insgesamt	11,4	1,64	3,61	0,32	7,45	1,16	8,40	1,49	5,70	1,02

Bem.: Probe aus Anhalt enthielt sehr geringe, die Probe aus Württemberg etwas größere und die Probe aus Oberschlesien sehr große Mengen kohlensauren Kalkes.

In allen Fällen wurden in gleicher Weise 5 g des Lehmes mit 100 ccm der Säure erst auf dem Wasserbade erwärmt, dann etwa 2 Min. aufgekocht, sofort abfiltriert und der Rückstand auf dem Filter mit 100 ccm der Sodalösung in ein Becherglas gespritzt, darin 2 Min. aufgekocht und ebenfalls abfiltriert. In beiden Filtraten wurde dann die Kieselsäure durch Eindampfen mit Salzsäure und Trocknen im Trockenschrank in üblicher Weise abgeschieden und gewogen.

Bei den meisten Quarzsanden beträgt erfahrungsgemäß der Gehalt an Lehm nicht über 5%. Unter Zugrundelegung dieses Lehmgehaltes von 5% im Quarzsande würden 100 g des Sandes bei der obigen Behandlung mit Salzsäure und Sodalösung die in Tafel 3 angegebenen Prozentgehalte an Kieselsäure in Lösung gehen lassen.

Tafel 3.

Bezeichnung der Lehmsorte	Brandenburg	Schlesien	Anhalt	Württemberg	Oberschlesien
% SiO_2 in Salzsäure konzentriert:	0,57	0,18	0,37	0,42	0,29
% SiO_2 in Salzsäure verdünnt (1 : 9):	0,08	0,02	0,06	0,08	0,05

Die vorerwähnte Angabe von Framm und Schindler über die Abgabe von 0,5% Kieselsäure an die Lösung würde sich nach diesen Untersuchungsergebnissen also nur bei Behandlung der Sande mit konzentrierter Salzsäure und 5proz. Sodalösung bestätigen, wogegen bei Anwendung einer verdünnten Salzsäure (1:9) nur äußerst geringe Mengen löslicher Kieselsäure als Fehlerquelle für die Berechnung des Mischungsverhältnisses in Frage kommen.

Nehmen wir den Höchstbetrag von 0,1% löslicher Kieselsäure als aus dem Lehme stammend in der Lösung bei Behandlung des Mörtels mit verdünnter Salzsäure an, so ändert sich bei der Berechnung das Mischungsverhältnis bei einem Mörtel

von 1:3 auf 1:2,9
„ 1:8 „ 1:7,7.

daß sie auf dem 16-Maschensiebe keinen Rückstand hinterließen. Sodann wurde Normensand und soviel Material von jeder Lehmsorte gemischt, daß der Sand 5% Lehm enthielt. Aus den auf diese Weise gewonnenen Sanden wurden in Mischung mit Portlandzement nach Vorschrift der deutschen Normen Würfel von 7,1 cm Seitenlänge im Mischungsverhältnis 1:3 und 1:8 gefertigt. Nach 28tägiger Luftlagerung wurde dann das Mischungsverhältnis durch Lösen des Mörtels in verdünnter Salzsäure und Bestimmung der löslichen Kieselsäure ermittelt.

10 g des im Wassertrockenschrank getrockneten und durch das 324-Maschensieb gefeinten Mörtels wurden in einer einmal mit 9 Teilen Wasser, das andere Mal mit 3 Teilen Wasser verdünnten Salzsäure vom spezifischen Gewicht 1,124 am Wasserbad erwärmt, dann 2 Min. aufgekocht (Säuremenge 300 ccm) und der Rückstand nach der Filtration 2 Min. mit 5proz. Sodalösung ausgekocht. In den Filtraten wurde dann in üblicher Weise die Kieselsäure bestimmt.

Das Mischungsverhältnis kann auf zweierlei Weise berechnet werden:

1. Die gefundene Menge löslicher Kieselsäure (SiO_2) wird unter Zugrundelegung eines Portlandzementes vom mittleren Kieselsäuregehalt von 22% auf Zement umgerechnet, indem mit dem Faktor $\frac{100}{22}$ multipliziert wird. Um auf erhärteten, wasserhaltigen Zement umzurechnen, wird noch ein Viertel des berechneten Zementwertes als gebundenes Wasser zugeschlagen, da der erhärtete Portlandzement erfahrungsgemäß etwa 20% Wasser gebunden enthält. Das Mischungsverhältnis nach Gewichtsteilen berechnet sich demnach wie folgt:

$$MV = 1 : \frac{100 - \left(\frac{100}{22} SiO_2 + \frac{SiO_2 \frac{100}{22}}{4}\right)}{\frac{100}{22} SiO_2}$$

oder anders ausgedrückt:

$$MV = 1 : \frac{100 - 5{,}681\, SiO_2}{4{,}545\, SiO_2}.$$

Digitized by Google

2. Der gefundene SiO_2-Wert wird wie oben durch Multiplikation mit $\frac{100}{22}$ auf wasserfreien Portlandzement umgerechnet und durch Abzug der Summe des so erhaltenen Zementwertes und des direkt bestimmten Glühverlustes des Mörtels von 100 der Füllstoffanteil ermittelt.

Das Mischungsverhältnis berechnet sich in diesem Falle nach der Formel:

$$MV = 1 : \frac{100 - \left(\frac{100}{22} SiO_2 + \text{Glühverlust}\right)}{\frac{100}{22} SiO_2}$$

oder

$$MV = 1 : \frac{100 - (4{,}545\, SiO_2 + \text{Glühverlust})}{4{,}545\, SiO_2}.$$

säure und der daraus berechneten Menge wasserfreien Portlandzementes unter der Voraussetzung, daß der erhärtete Portlandzement 20% Wasser gebunden enthält, ergibt insbesondere bei mageren Mischungen[1] wesentlich kleinere Werte als die durch Glühverlustbestimmung tatsächlich ermittelten. Zwecks Ermittlung des Mischungsverhältnisses ist es daher richtiger, womöglich den Glühverlust des Mörtels oder Betons zu bestimmen und der Berechnung die Formel Nr. 2:

$$MV = 1 : \frac{100 - (4{,}545\, SiO_2 + \text{Glühverlust})}{4{,}545\, SiO_2}$$

zugrunde zu legen[2].

2. Die Verwendung von konzentrierter Salzsäure zum Lösen des Mörtels oder Betons ergibt bei lehmhaltigem

Tafel 4

Mörtel 1:3 (Sand mit 5% Lehm)			Lehmsorten			
			Brandenburg	Schlesien	Anhalt	Oberschlesien
Lösliche Kieselsäure in HCl 1 : 9			5,84%	5,14%	5,57%	4,42%
Lösliche Kieselsäure in HCl 1 : 3			5,84%	5,45%	5,99%	4,56%
Mischungsverhältnis	Glühverlust	berechnet	6,6%	6,0%	6,8%	5,1%
		gefunden	5,1%	5,8%	5,9%	5,3%
	Berechnungsweise 1.	HCl 1 : 9 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}5_6$	$1 : 3{,}0_4$	$1 : 2{,}7_3$	$1 : 3{,}7_6$
		HCl 1 : 9 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}5_2$	$1 : 3{,}0_0$	$1 : 2{,}7_0$	$1 : 3{,}7_8$
		HCl 1 : 3 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}5_6$	$1 : 2{,}8_0$	$1 : 2{,}4_1$	$1 : 3{,}6_1$
		HCl 1 : 3 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}5_2$	$1 : 2{,}7_8$	$1 : 2{,}4_2$	$1 : 3{,}5_7$
	Berechnungsweise 2. (mit Glühverlustbestimmung)	HCl 1 : 9 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}6_2$	$1 : 3{,}0_4$	$1 : 2{,}7_9$	$1 : 3{,}7_5$
		HCl 1 : 9 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}5_8$	$1 : 3{,}0_0$	$1 : 2{,}7_2$	$1 : 3{,}7_1$
		HCl 1 : 3 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}6_2$	$1 : 2{,}8_3$	$1 : 2{,}4_8$	$1 : 3{,}5_9$
		HCl 1 : 3 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 2{,}5_8$	$1 : 2{,}8_0$	$1 : 2{,}4_6$	$1 : 3{,}5_7$
Mörtel 1 : 8 (mit 5% Lehm)						
Lösliche Kieselsäure in HCl 1 : 9			2,38%	2,16%	2,28%	—
Lösliche Kieselsäure in HCl 1 : 3			2,38%	2,15%	2,28%	2,25%
Mischungsverhältnis	Glühverlust	berechnet	2,7%	2,5%	2,6%	2,5%
		gefunden	4,9%	4,4%	5,3%	4,5%
	Berechnungsweise 1.	HCl 1 : 9 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 8{,}2_7$	$1 : 9{,}0_6$	$1 : 8{,}7_5$	—
		HCl 1 : 9 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 8{,}0_0$	$1 : 8{,}9_2$	$1 : 8{,}4_0$	—
		HCl 1 : 3 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 8{,}2_7$	$1 : 9{,}0_6$	$1 : 8{,}7_5$	$1 : 8{,}7_5$
		HCl 1 : 3 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 8{,}0_0$	$1 : 8{,}9_2$	$1 : 8{,}4_0$	$1 : 8{,}5_5$
	Berechnungsweise 2. (mit Glühverlustbestimmung)	HCl 1 : 9 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 8{,}0_5$	$1 : 8{,}8_5$	$1 : 8{,}4_7$	—
		HCl 1 : 9 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 7{,}8_0$	$1 : 8{,}7_5$	$1 : 8{,}1_5$	—
		HCl 1 : 3 mit SiO_2-Korrektur	$1 : 8{,}0_5$	$1 : 8{,}8_5$	$1 : 8{,}4_7$	$1 : 8{,}5_5$
		HCl 1 : 3 ohne SiO_2-Korrektur	$1 : 7{,}8_0$	$1 : 8{,}7_5$	$1 : 8{,}1_5$	$1 : 8{,}3_0$

Die bei der chemischen Untersuchung der Mörtel gefundenen Werte für den Gehalt an löslicher Kieselsäure und an Glühverlust, sowie die daraus nach beiden Formeln 1 und 2 berechneten Mischungsverhältnisse C sind in Tafel 4 zusammengestellt. Es sei noch dazu bemerkt, daß der verwendete Portlandzement 22,74% Kieselsäure und 1,07% Glühverlust enthielt.

Aus den in Tafel 4 zusammengestellten Versuchsergebnissen an Mörtelkörpern bekannter Zusammensetzung ergibt sich folgendes:

1. Die Berechnung des Gehaltes an gebundenem Wasser im erhärteten Zement aus der löslichen Kieselsäure und der daraus berechneten Menge wasserfreien Portlandzementes unter der Voraussetzung, daß der erhärtete Portlandzement 20% Wasser gebunden enthält, ergibt insbesondere bei mageren Mischungen[1] wesentlich kleinere Werte als die durch Glühverlustbestimmung tatsächlich ermittelten. Zwecks Ermittlung des Mischungsverhältnisses ist es daher richtiger, womöglich den Glühverlust des Mörtels oder Betons zu bestimmen und der Berechnung die Formel Nr. 2:

$$MV = 1 : \frac{100 - (4{,}545\, SiO_2 + \text{Glühverlust})}{4{,}545\, SiO_2}$$

zugrunde zu legen[2].

2. Die Verwendung von konzentrierter Salzsäure zum Lösen des Mörtels oder Betons ergibt bei lehmhaltigem Zuschlagmaterial im Mörtel unrichtige Werte für das Mischungsverhältnis infolge der weitgehenden Zersetzung des Lehmes durch die Einwirkung der Säure auf den Lehm. Wenn jedoch eine mit 9 bis 3 Teilen Wasser verdünnte Salzsäure zum Lösen verwendet wird, so üben infolge des geringen Angriffes der Lehme durch diese

[1] Der Grund dafür ist in der vom Mörtel aufgenommenen Kohlensäure zu suchen.

[2] Bei Betonen, deren Zuschlagstoff Kalksteine enthält, kann man trotzdem diese Formel nicht anwenden und ist gezwungen, den Glühverlust zu berechnen, da sich die Kohlensäure des Kalksteines von der durch den Beton aufgenommenen Kohlensäure analytisch nicht trennen läßt.

Digitized by Google

Säure die geringfügigen Mengen der aus dem Lehm in Lösung gehenden Kiselsäuremengen keinen wesentlichen Einfluß auf die Berechnung des Mischungsverhältnisses aus, sofern die Angaben, wie üblich, auf Zehntel abgerundet angeben werden. Bei Verwendung von verdünnter Salzsäure kann daher der durch den Lehmgehalt der Sande verursachte Fehler im allgemeinen unberücksichtigt bleiben.

3. Die experimentell gefundenen Werte für das Mischungsverhältnis weichen — ohne Berücksichtigung des Lehmgehaltes des Sandes — von den tatsächlichen bei den fetten Mörteln (1:3) im allgemeinen in der in diesem Verhältnis für Sand gefundenen Zahl um einige Zehntel nach unten, bei den mageren Mörteln (1:8) um eine Einheit nach oben ab; so daß die fetten Mörtel etwas zu fett, die mageren Mörtel dagegen zu mager befunden werden.

Die Ungenauigkeit, die in dem Untersuchungsverfahren und insbesondere in der Schwierigkeit der Entnahme einer richtigen Durchschnittsprobe liegt, übersteigt der Größenordnung nach — also wesentlich — die Fehler, die infolge des Lehmgehaltes der Sande verursacht werden können, sofern die Mörtel oder Betone mit verdünnter Salzsäure in Lösung gebracht werden.

Vergleich der Würfelfestigkeit von Beton zu der Druckfestigkeit des Betons im Bauwerk.

Von **H. Burchartz** [1].

So lange Beton und insbesondere Eisenbeton im Bauwesen verwendet wird, ist die Frage akut gewesen: „Wie groß ist die wahre Druckfestigkeit des Betons im Bauwerk, und wie wird sie mit genügender Zuverlässigkeit ermittelt?“

Da das sonst übliche Verfahren zur Bestimmung der Druckfestigkeit von Baustoffen, aus diesen würfelförmige Körper herzustellen und zu prüfen, bei fertigen Betonbauwerken nicht immer anwendbar oder, wenn anwendbar, mit großen Schwierigkeiten und Kosten verknüpft ist, oft auch die Prüfung solcher aus dem Mauerwerk entnommener Proben infolge der hierbei und bei der weiteren Nachbearbeitung im Laboratorium unvermeidbar rohen Behandlung zu Trugschlüssen führen kann, ist man darauf angewiesen, die berechnete oder zu erwartende Festigkeit des Betons im Bauwerk durch Festigkeitsversuche mit auf der Baustelle oder im Laboratorium hergestellten Probekörpern nachzuweisen. Es erhebt sich aber dann die weitere Frage: „Ist die auf diese Weise ermittelte Festigkeit die wahre Druckfestigkeit des Baukörpers, und welche Beziehungen bestehen zwischen der an Würfeln gewonnenen Druckfestigkeit und der wirklichen Festigkeit des Betonmauerwerkes?“

Es hat naturgemäß nicht an gelegentlichen Versuchen gefehlt, um über diese Fragen Klarheit zu schaffen. So hat z. B. Gary[2] vergleichende Festigkeitsversuche mit Betonkörpern ausgeführt, die teils in Würfelformen hergestellt, teils in der Weise gewonnen waren, daß in das Betonmauerwerk Einlagen aus Holz- und Drahtgittern mit eingestampft und nach dem Erhärten des Betons die so mit einem Gitterwerk umgebenen würfelförmigen Betonteile durch Eintreiben eiserner Keile auseinandergesprengt wurden, wobei sich die von den Holzgittern bzw. Drahtgeflechten begrenzten Körper mehr oder weniger leicht aus dem Beton herauslösten. Bei diesen Versuchen ergab sich, daß in Formen gefertigte Körper durchschnittlich höhere Festigkeit aufwiesen als die aus dem Mauerwerk entnommenen. Bereits mehrfach sind auch planmäßige Versuche zur Ermittlung der wirklichen Druckfestigkeit des Betons in Betonmauerwerk im Vergleich mit der Würfelfestigkeit des Betons ausgeführt worden. Die ersten Versuche dieser Art sind von Berndt und Preuß vorgenommen. Hierzu wurden aus verschiedenen Betonmischungen teils Würfel in eisernen Formen hergestellt, teils aus großen in den gleichen Mischungen gestampften Betonblöcken würfelförmige Körper in verschiedener Höhe der Blöcke herausgeschnitten. Über die Ergebnisse dieser in Laboratoriums- und Baustelleversuche zerfallende Untersuchungen ist in Heft 36 der Mitteilungen des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton berichtet worden[1]. Die Durchschnittswerte sind in den Tafeln 1 und 2 wiedergegeben. Aus den Ergebnissen sind nachstehende Schlußfolgerungen gezogen:

[1] Original: Zement 16, Nr. 34, S. 764/71 (1927).

[2] M. Gary: Anfertigung von Betonprobekörpern auf dem Bauplatz. Mitteilungen aus dem Kgl. Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem H. 2, S. 124 u. ff. 1901.

[1] O. Berndt und E. Preuß: Versuche zum Vergleich der Würfelfestigkeit des Beton zu der im Bauwerk erzielten Festigkeit, ausgeführt durch die Materialprüfungsanstalt Darmstadt.

Tafel 1. Zusammenstellung der Ergebnisse der vergleichenden Druckfestigkeitsversuche (Laboratoriumsversuche) nach Berndt und Preuß.

Betonklotz Nr.	Mischung in Rtl.			Alter der Proben in Tagen	Mittlere Druckfestigkeit in kg cm²			Hundertteiliger Unterschied der Druckfestigkeit der in Formen hergestellten Probewürfel und der aus dem Betonklotz herausgesägten Probewürfel, bezogen auf die Druckfestigkeit der in Formen nach den Baustellevorschriften hergestellten Probewürfel
					der in Formen hergestellten Probewürfel		der aus dem Betonklotz herausgesägten Probewürfel	
	Portlandzement	Rheinsand 0—7 mm	Rheinkies 7—40 mm		nach Baustellevorschriften	nach Laboratoriumsvorschriften		
I	1	4	8	154	143	175	174	+ 21,4
II	1	4	8	119	157	158	156	— 0,4
III	1	3	6	205	183	234	237	+ 29,3
IV	1	5	10	181	151	157	169	+ 11,6

Digitized by Google

a) Laboratoriumsversuche.

1. Die Druckfestigkeit der aus den gleichen wagerechten Schichten der Betonklötze herausgesägten Probewürfel ist meist nicht unwesentlich voneinander verschieden. Diese Verschiedenheit beträgt rund etwa bis zu 20 und 30%.

2. Die Mauerwerksfestigkeit[1] ist, wenn man von Betonklotz II, der sich in dieser Beziehung anders verhält als die übrigen 3 Betonklötze, absieht, nicht unwesentlich höher als die Würfelfestigkeit, und zwar, wenn man den Gesamtmittelwert der Mauerwerksfestigkeit des ganzen Betonklotzes zum Vergleich heranzieht, um 11,6 bis 29,3%.

Tafel 2. Zusammenstellung der Ergebnisse der vergleichenden Druckfestigkeitsversuche (Baustelleversuche) nach Berndt und Preuß.

Lfd. Nr.	Betonklotz von	Mischung	Zuschläge	Alter bei der Prüfung	Probewürfel, hergestellt in G = Gußeisenformen, H = Holzformen	Druckfestigkeit: der in Formen hergestellten Probewürfel	Druckfestigkeit: der aus dem Betonklotz herausgesägten Würfel: Mittelwerte der einzelnen Schichten (o = obere Schicht, m = mittlere „, u = untere „)	Druckfestigkeit: der aus dem Betonklotz herausgesägten Würfel: Gesamtmittelwert des Betonklotzes	Hundertteiliger Unterschied der Druckfestigkeit der in Formen hergestellten Probewürfel und der aus dem Betonklotz herausgesägten Würfel, bezogen auf die Druckfestigkeit der in Formen hergestellten Probewürfel: für die einzelnen Schichten	Hundertteiliger Unterschied: für den Gesamtmittelwert des ganzen Betonklotzes
				Tage		kg/cm²	kg/cm²	kg/cm²	%	%
1	Bahnsteigneubau	1 : $3^1/_2$: $6^2/_3$	Rheinsand Porphyrsteinschlag	72	G	131	o : 137 u : 140	138	+ 4,6 + 6,9	+ 5,3
2	Fabrikneubau	1 : 8	Rheinsand Rheinkies	59	G	153	o : 148 u : 169	158	+ 10,5 — 3,3	+ 3,3
3	Magazinkeller	1 : 3 : 6	Rheinsand Basaltsteinschlag	247	H	107	154[1]	154	+ 43,9[2]	+ 43,9[2]
4	Verwaltungsgebäude	1 : $2^1/_2$: $2^1/_2$	Sandhaltiger Rheinkies Basaltgrus	97	G	309	o : 285 m : 257 u : 277	273	— 7,8 — 16,8 — 10,4	— 11,7
5	Wegüberführung	1 : 3 : 6	Rheinsand Diabassplitt	280	H	215	o : 136 u : 85	102	— 36,7[2] — 60,5[2]	— 52,6[2]
6	Lokomotivschuppenfundament	1 : 7	Mainsand Mainkies	216	H	126	o : 163 u : 199	181	+ 29,4[2] + 57,9[2]	+ 43,7[2]
7	Lokomotivdrehscheibe	1 : 3 : 6	Rheinsand Basaltsplitt	260	H	140	o : 93,6 m : 132 u : 105	110,2	— 32,9 — 5,4 — 24,7	— 21,0
8	Bahnhofsneubau	1 : 5 : 7	Mainsand Basaltgrus	253	G	198	o : 136 m : 169 u : 208	171	— 31,3 — 14,6 + 5,1	— 13,6

Tafel 3. Ergebnisse der vergleichenden Druckversuche nach Graf.

Art der Probekörper		Probekörper aus Balken	Würfel von 30 cm Kantenlänge	Würfel von 20 cm Kantenlänge
Mischung in Rtl.	Alter der Proben	normale Druckfestigkeit in kg/cm²		
1 Zement + 5 Neckarsand Gußbeton	29 Tage	106 (100)	111 (105)	121 (114)
1 Zement + 1,5 Neckarsand + 2 Neckarfeinkies Gußbeton	34 Tage	160 (100)	174 (109)	—
1 Zement + 5 Sand und Feinkies weich angemachter Beton	28 Tage	207 (100)	—	230 (111)

[1] Nur eine Schicht.

[2] In diesen Fällen liegen besondere Verhältnisse vor, vgl. den Text.

[3] In Ermangelung gleichalter Formen gestampfter Probewürfel sind die Probewürfel von Klotz 2 zum Vergleich herangezogen.

3. Die Druckfestigkeit der unteren Schichten der Betonklötze ist, wenn man von einer einzigen unwesentlichen Ausnahme absieht, größer als die Druckfestigkeit der oberen Schichten. Bei dem Aufstampfen üben die auf die oberen Schichten ausgeübten Stampfstöße auch teilweise noch eine Wirkung auf die unteren Schichten aus.

b) Baustelleversuche.

1. Die Druckfestigkeit auch der aus den gleichen wagerechten Schichten der Betonklötze herausgesägten Probewürfel ist oft nicht unwesentlich voneinander verschieden.

2. Die Festigkeit des Betons im Bauwerk ist je nach der Sorgfalt der Ausführung bald größer, bald kleiner

[1] Unter „Mauerwerksfestigkeit" ist die Druckfestigkeit der aus den Betonklötzen herausgesägten Würfel verstanden, während die Druckfestigkeit der in eisernen Formen aufgestampften Probewürfel als „Würfelfestigkeit" bezeichnet ist.

Digitized by Google

als die Würfelfestigkeit, im Durchschnitt aber etwa gleich dieser.

3. Eine größere Druckfestigkeit der unteren Schichten gegenüber den oberen Schichten, wie diese bei den Laboratoriumsversuchen gefunden wurde, ist auch bei den Baustelleversuchen häufig, jedoch nicht allgemein beobachtet worden.

Tafel 4.

Wasserzusatz für die Betonmischungen.

Zustand des Betons beim Anmachen			Erdfeucht	Weich	Flüssig
Art des Kieses	Art des Zementes		Wasserzusatz in %		
Kossebauder Kies	Normaler Portlandzement	A	5,5	10,0	15,5
		B	5,3	9,8	15,0
	Hochwertiger Portlandzement	C	5,2	9,8	15,0
		D	6,2	11,0	16,0
Steinfurther Kies	Normaler Portlandzement	A	6,5	11,8	17,6
		B	6,0	11,5	17,0
	Hochwertiger Portlandzement	C	6,1	11,5	17,0
		D	7,0	12,5	18,0

Tafel 7. Mittlere Raumgewichte der Druckprobekörper.

Zustand des Betons beim Anmachen		Erdfeucht		Weich		Flüssig	
		Mittleres Raumgewicht in g/cm³ nach					
Art des Kieses	Art des Zements	28 Tagen	45 Tagen	28 Tagen	45 Tagen	28 Tagen	45 Tagen
In Formen hergestellte Würfel.							
Kossebauder Kies	A	2,33	2,33	2,29	2,30	2,18	2,16
	B	2,36	2,36	2,24	2,24	2,15	2,14
	C	2,32	2,32	2,27	2,27	2,20	2,18
	D	2,34	2,35	2,30	2,30	2,20	2,20
Steinfurther Kies	A	2,36	2,24	2,23	2,23	2,15	2,13
	B	2,25	2,23	2,20	2,20	2,13	2,12
	C	2,23	2,24	2,22	2,22	2,13	2,12
	D	2,25	2,26	2,23	2,24	2,16	2,16
Aus Balken geschnittene Probekörper.							
Kossebauder Kies	A			2,30	2,30	2,19	2,19
	B			2,27	2,26	2,19	2,17
	C			2,27	2,27	2,21	2,21
	D			2,30	2,30	2,21	2,23
Steinfurther Kies	A			2,28	2,28	2,16	2,16
	B			2,24	2,23	2,15	2,15
	C			2,22	2,21	2,15	2,15
	D			2,28	2,26	2,15	2,16

Tafel 5. Ergebnisse der Normenprüfung der Zemente.

Art des Zements	Raumgewicht in kg/l		Spezifisches Gewicht s		Glühverlust	Mahlfeinheit		Abbindeverhältnisse				Raumbeständigkeit			Festigkeit des Normenmörtels							
						Rückstand in % auf dem Siebe mit									Zugfestigkeit in kg/cm² nach				Druckfestigkeit in kg/cm² nach			
	eingefüllt	eingelaufen	bei der Anlieferung	nach dem Glühen		900	4900	Wasserzusatz	Erhärtungsbeginn nach	Abbindezeit	Wärmeerhöhung	Normenprobe	Kochprobe	Darrprobe	3	7	28	28 Tagen kombinierter Lagerung	3	7	28	28 Tagen kombinierter Lagerung
						Maschen auf 1 cm²									Tagen Wasserlagerung				Tagen Wasserlagerung			
	Rf	Rl			%			%	Stunden	Stunden	Grad											
Normaler Portlandzement A	1,030	1,770	3,060	3,200	3,92	0,7	9,5	26,0	$2^1/_2$	$7^1/_2$	3,0	Bestanden			30,1	31,8	38,8	48,7	299	369	462	517
Normaler Portlandzement B	1,110	1,870	3,090	3,190	2,80	0,1	7,4	26,0	$3^1/_4$	$8^1/_2$	1,5	Bestanden			26,6	31,4	33,6	40,3	239	319	407	423
Hochwertiger Zement A	1,110	1,840	3,060	3,200	4,36	0,3	9,0	27,0	3	$7^1/_2$	1,9	Bestanden			31,2	32,1	35,9	43,6	306	367	450	496
Hochwertiger Zement B	1,060	1,910	3,090	3,180	2,08	0,5	7,3	26,0	$2^1/_2$	7	1,2	Bestanden			37,4	40,0	42,5	53,4	402	525	626	646

Tafel 6. Ergebnisse der Prüfung der Kiese.

Art des Kieses	Raumgewicht in kg/l			Spezifisches Gewicht s³	Dichtigkeitsgrad $d = \frac{Rr}{s}$	Undichtigkeitsgrad u = 1 − d	Kornzusammensetzung										Gehalt an abschlämmbaren (lehmigen) Bestandteilen %
							Rückstand in % zwischen den Sieben mit der übergeschriebenen Maschenweite⁴ in mm										
	eingefüllt Rf	eingelaufen Rl³	eingerüttelt Rr³				25—15	15—10	10—7	7—5	5—3,5	3,5—2,5	2,5—1,5	1,5—0,75	0,75—0,2	0,2—0	
Kossebauder Kies	1,520[1]	1,780	2,020	2,590	0,780	0,220	5,8	7,4	7,4	4,2	5,8	11,7	6,4	16,5	33,2	1,6	0,6
Steinfurther Kies	1,350[2]	1,750	2,010	2,590	0,780	0,220	8,9	3,5	4,8	2,6	4,4	4,9	4,0	12,9	45,6	8,4	1,6

[1] Ermittelt am grubenfeuchten Material. Wassergehalt 3,0%.

[2] Ermittelt am grubenfeuchten Material. Wassergehalt 4,4%.

[3] Ermittelt am trockenen Material.

[4] Die Siebe mit 0,2, 0,75, 1,5, 2,5, 3,5 mm Maschenweite entsprechen den Sieben mit 900, 64, 16, 9, 4 Maschen auf 1 cm².

Weitere Versuche wurden später von Graf[1] ausgeführt. Sie erstreckten sich auf in eisernen Formen gefertigte Betonwürfel von 20 und 30 cm Kantenlänge und

[1] O. Graf: Widerstandsfähigkeit der Druckzone von Eisenbetonkörpern, welche auf Biegung beansprucht sind, Heft E der Mitteilungen des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton. Verlag W. Ernst & Sohn.

Digitized by Google

würfelförmige Körper von 30 cm Kantenlänge, die aus in Holzformen hergestellten Betonblöcken geschnitten waren. Die Mittelwerte der bei den Versuchen gewonnenen Ergebnisse sind in Tafel 3 verzeichnet. Aus ihnen ist zu ersehen, daß die aus den Blöcken herausgearbeiteten Probekörper durchschnittlich etwas geringere Druckfestigkeiten lieferten als die Würfel. Diese zum Teil sich widersprechenden Prüfungsbefunde gaben Veranlassung, weitere Versuche ähnlicher Art auszuführen, um Aufklärung über das Verhältnis der Würfelfestigkeit zur Festigkeit des Betons im Bauwerk zu gewinnen; insbesondere sollte hierbei auch das Verhalten der hochwertigen Zemente untersucht werden. Den Versuchen lag folgender Arbeitsplan zugrunde:

A. Probestoffe.

1. Zwei normale Portlandzemente, nachstehend mit A und B bezeichnet.

2. Zwei hochwertige Portlandzemente, nachstehend mit C und D bezeichnet.

3. Kossebauder Kies.

4. Steinfurther Grubenkies.

B. Umfang der Versuche.

1. Prüfung der Zemente nach den Normen.

2. Prüfung der Kiese auf

a) Raumgewicht, spezifisches Gewicht, Gehalt an Hohlräumen;

Tafel 8. Ergebnisse der Prüfung der Betonmischungen auf Druckfestigkeit. — Normale Portlandzemente. Probekörper: Würfel von 20 cm Kantenlänge.

Art des Zementes			Normaler Portlandzement A			Normaler Portlandzement B		
Art des Kieses	Zustand des Betons beim Anmachen	Art der Probekörper	Versuch Nr.	Druckfestigkeit kg/cm² nach 28 Tagen	45 Tagen	Versuch Nr.	Druckfestigkeit nach 28 Tagen	45 Tagen
Koosebauder Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	344	341	1	344	375
			2	372	382	2	382	372
			3	375	344	3	351	369
			Mittel	**364**	**356**	Mittel	**359**	**372**
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	258	260	1	202	201
			2	241	263	2	199	218
			3	232	263	3	197	211
			Mittel	**244**	**262**	Mittel	**199**	**210**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	215	250	1	186	213
			2	228	254	2	179	202
			3	210	230	3	184	191
			Mittel	**218**	**245**	Mittel	**183**	**202**
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	107	116	1	116	123
			2	109	118	2	112	119
			3	112	117	3	123	128
			Mittel	**109**	**117**	Mittel	**117**	**123**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	111	128	1	119	132
			2	107	124	2	118	135
			3	113	124	3	122	128
			Mittel	**110**	**125**	Mittel	**120**	**132**
Steinfurther Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	262	254	1	268	260
			2	241	247	2	264	282
			3	255	261	3	277	263
			Mittel	**253**	**254**	Mittel	**270**	**268**
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	210	215	1	176	193
			2	212	218	2	183	202
			3	206	222	3	193	198
			Mittel	**209**	**218**	Mittel	**184**	**198**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	184	208	1	157	177
			2	192	203	2	149	189
			3	198	208	3	144	183
			Mittel	**191**	**206**	Mittel	**150**	**183**
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	117	126	1	98	117
			2	113	127	2	97	107
			3	113	123	3	101	113
			Mittel	**114**	**125**	Mittel	**99**	**112**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	114	130	1	112	131
			2	116	125	2	102	130
			3	112	122	3	106	127
			Mittel	**114**	**126**	Mittel	**107**	**129**

Digitized by Google

b) Kornzusammensetzung;

c) Gehalt an abschlämmbaren Bestandteilen.

3. Herstellung von Blöcken von 150 × 20 × 20 cm in Holzschalung aus weich angemachtem Beton und von Würfeln von 20 cm Kantenlänge in eisernen Formen aus erdfeucht, weich und flüssig angemachtem Beton in folgenden Mischungen:

a) 1 Rtl. Zement + 4 Rtl. Kossebauder Kies;

b) 1 Rtl. Zement + 4 Rtl. Steinfurther Kies.

4. Herausschneiden von Würfeln von 20 cm Kantenlänge aus den Betonblöcken und Abgleichen der Druckflächen mit Zementmörtel.

5. Prüfung der in eisernen Formen hergestellten und der aus den Blöcken geschnittenen Würfel auf Druckfestigkeit bei 28 und 45 Tagen Alter.

Der Druck ist senkrecht zur Stampfrichtung bzw. Einfüllrichtung auszuüben. Die Probekörper lagern, gegen Regen geschützt, im Freien und werden vom 2. bis 7. Tage täglich einmal angenäßt[1].

Die für die Versuche erforderlichen Probestoffe wurden aus dem Handel bezogen.

Die Probekörper wurden in der Zeit vom 3. bis 14. August 1926 hergestellt.

Hierbei wurden den nach Raumteilen zu mischenden Stoffen die im 10-l-Gefäß ermittelten Raumgewichte zugrunde gelegt, und zwar wurden an Stelle eines Liters verarbeitet für

[1] Die Würfel sind an den Tagen, an denen die Körper für die Druckprobe aus den Blöcken herausgeschnitten und ihre Druckflächen abgeglichen werden, anzunässen.

Tafel 9. Ergebnisse der Prüfung der Betonmischungen auf Druckfestigkeit. — Hochwertige Portlandzemente. Probekörper: Würfel von 20 cm Kantenlänge.

Art des Zementes			Hochwertiger Portlandzement C			Hochwertiger Portlandzement D		
Art des Kieses	Zustand des Betons beim Anmachen	Art der Probekörper	Versuch Nr.	Druckfestigkeit nach 28 Tagen	Druckfestigkeit nach 45 Tagen	Versuch Nr.	Druckfestigkeit nach 28 Tagen	Druckfestigkeit nach 45 Tagen
Kossebauder Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	341	330	1	355	424
			2	303	334	2	424	400
			3	292	341	3	372	365
			Mittel	**312**	**335**	Mittel	**384**	**396**
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	221	218	1	269	285
			2	201	236	2	274	299
			3	220	238	3	276	286
			Mittel	**214**	**231**	Mittel	**273**	**290**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	175	214	1	241	262
			2	161	209	2	231	290
			3	173	202	3	243	267
			Mittel	**170**	**208**	Mittel	**238**	**273**
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	114	124	1	150	165
			2	113	128	2	142	167
			3	109	127	3	147	164
			Mittel	**112**	**126**	Mittel	**146**	**165**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	110	130	1	152	169
			2	104	128	2	150	162
			3	96	127	3	139	176
			Mittel	**103**	**128**	Mittel	**147**	**169**
Steinfurther Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	275	271	1	311	320
			2	276	278	2	299	289
			3	285	287	3	311	299
			Mittel	**279**	**279**	Mittel	**307**	**303**
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	210	231	1	268	284
			2	208	225	2	271	276
			3	211	221	3	264	273
			Mittel	**210**	**226**	Mittel	**268**	**278**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	169	195	1	239	254
			2	170	200	2	226	244
			3	184	201	3	225	253
			Mittel	**174**	**199**	Mittel	**230**	**250**
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	1	109	116	1	169	172
			2	107	112	2	173	179
			3	107	118	3	170	181
			Mittel	**108**	**115**	Mittel	**171**	**177**
		Würfel aus Balken geschnitten	1	100	115	1	167	176
			2	105	124	2	162	181
			3	100	116	3	171	170
			Mittel	**102**	**118**	Mittel	**167**	**176**

Digitized by Google

den normalen Portlandzement A . . . . . 1,080 kg
den normalen Portlandzement B . . . . . 1,140 „
den hochwertigen Portlandzement C . . . . . 1,160 „
den hochwertigen Portlandzement D . . . . . 1,120 „
den Kossebauder Kies (mit 3,0% Wassergehalt). 1,520 „
den Steinfurther Kies (mit 4,4% Wassergehalt . 1,380 „

Zement und Kies wurden in der Mischmaschine Bauart Hüser zunächst $^1/_2$ Min. trocken und nach Zusatz der durch Vorversuche bestimmten Wassermenge noch 2 Min. naß gemischt.

Der Wasserzusatz wurde so gewählt, daß der Beton erdfeuchte oder weiche oder flüssige Beschaffenheit erlangte.

Die Wasserzusätze sind aus Tafel 4 ersichtlich.

Der weich angemachte Beton für die Blöcke wurde

Tafel 10. Zusammenstellung der Mittelwerte nach Tafel 6 und 7; Verhältniszahlen.

Art des Zementes			Normaler Portlandzement				Hochwertiger Portlandzement			
			A		B		C		D	
Art des Kieses	Zustand des Betons beim Anmachen	Art der Probekörper	Mittlere Druckfestigkeit in kg cm² nach							
			28 Tagen	45 Tagen	28 Tagen	45 Tagen	28 Tagen	45 Tagen	28 Tagen	45 Tagen
Kossebauder Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	364	356	359	372	312	335	384	396
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	244	262	199	210	214	231	273	290
		Würfel aus Balken geschnitten	218	245	183	202	170	208	238	273
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	109	117	117	123	112	126	146	165
		Würfel aus Balken geschnitten	110	125	120	132	103	128	147	169
Steinfurther Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	253	254	270	268	279	279	307	303
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	209	218	184	198	210	226	268	278
		Würfel aus Balken geschnitten	191	206	150	183	174	199	230	250
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	114	125	99	112	108	115	171	177
		Würfel aus Balken geschnitten	114	126	107	129	102	118	167	176

Verhältniszahlen[1].

Vergleich der Werte für erdfeuchten Beton mit denen des weichen resp. flüssigen Betons; Festigkeit des erdfeuchten Betons = 100 gesetzt. Vergleich der Werte der Würfel mit denen der aus Balken geschnittenen Probekörper; Festigkeit der Würfel = 100 gesetzt.

Kossebauder Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	100	100	100	100	100	100	100	100
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	67 **100**	74 **100**	55 **100**	57 **100**	69 **100**	69 **100**	71 **100**	73 **100**
		Würfel aus Balken geschnitten	60 **89**	69 **94**	51 **92**	54 **96**	55 **80**	62 **86**	62 **87**	69 **94**
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	30 **100**	33 **100**	33 **100**	33 **100**	36 **100**	38 **100**	38 **100**	42 **100**
		Würfel aus Balken geschnitten	30 **101**	35 **107**	33 **103**	36 **107**	33 **92**	38 **101**	38 **101**	43 **102**
Steinfurther Kies	Erdfeucht	Würfel in eisernen Formen hergestellt	100	100	100	100	100	100	100	100
	Weich	Würfel in eisernen Formen hergestellt	83 **100**	86 **100**	67 **100**	74 **100**	73 **100**	81 **100**	87 **100**	92 **100**
		Würfel aus Balken geschnitten	76 **91**	81 **94**	56 **82**	68 **92**	62 **83**	71 **88**	75 **86**	83 **90**
	Flüssig	Würfel in eisernen Formen hergestellt	45 **100**	49 **100**	37 **100**	42 **100**	39 **100**	41 **100**	56 **100**	58 **100**
		Würfel aus Balken geschnitten	45 **100**	50 **101**	40 **108**	48 **115**	37 **94**	42 **103**	54 **98**	58 **99**

[1] Die fettgedruckten Zahlen sind die Verhältniszahlen der Werte für in Formen hergestellte und aus Balken geschnittene Würfel.

Digitized by Google

schichtenweise in Holzformen gebracht, der flüssig angemachte in die Formen eingefüllt.

Der erdfeuchte und weiche Beton für die Würfel wurde schichtenweise in eisernen Formen gemäß den „Bestimmungen für Druckversuche an Würfeln bei Ausführung von Bauwerken aus Beton und Eisenbeton“ gestampft, der flüssige unter Durcharbeiten mit einem Spatel in eiserne Formen eingefüllt.

Sämtliche Probekörper wurden nach etwa 24 Stunden entformt und lagerten noch weitere 24 Stunden auf der Unterlage. Sodann wurden sie ins Freie gebracht.

Die Balken wurden bei 14 Tagen Alter in Würfel von 20 cm Kantenlänge zerlegt und die Druckfläche mit Zementmörtel 1 : 1 abgeglichen. Die Probekörper wurden nach dem Erhärten der Abgleichschichten ebenso wie die übrigen im Freien gelagert.

Bei 28 und 45 Tagen Alter wurden die Körper der Druckprobe unterzogen.

Die Zemente wurden nach den Normen und die Kiese auf ihre Materialeigenschaften untersucht.

Die Versuchsergebnisse sind in den Tafeln 5 bis 9 verzeichnet, und zwar enthält Tafel 5 die Ergebnisse der Normenprüfung der Zemente, Tafel 6 die Ergebnisse der Untersuchung der Kiese, Tafel 7 die Raumgewichte der Druckprobekörper, Tafel 8 und 9 die Ergebnisse der Druckversuche.

Die 4 Zemente sind langsambindend und entsprechen den in den Normen für Portlandzement bzw. den in den ministeriellen Bestimmungen des Deutschen Ausschusses für Eisenbeton enthaltenen Bedingungen. Der normale Portlandzement A könnte nach seinen Festigkeitseigenschaften ebenfalls zu den hochwertigen Zementen gerechnet werden.

Die beiden Kiese sind gemischtkörnig, rein und haben gleichen Gehalt an Hohlräumen. In der Kornzusammensetzung unterscheiden sie sich, wie aus dem Verlauf der die einzelnen Kornfraktionen darstellenden Schaulinien in Abb. 1 hervorgeht, nur wenig. Nur hat der Steinfurther Kies etwas mehr Feinkorn (Durchgang durch das 900-Maschinensieb) als der Kossebauder Kies (8,4 gegen 1,6%).

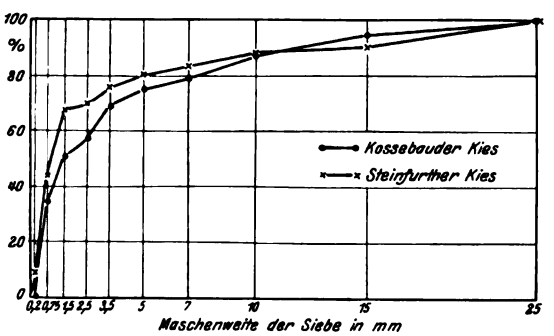


Abb. 1.

Aus den Raumgewichtswerten (Tafel 7) geht hervor, daß das Raumgewicht mit steigendem Wasserzusatz abnimmt. Die Unterschiede in dem Raumgewicht der in Würfeln hergestellten und aus Blöcken geschnittenen Probekörper sind, soweit solche überhaupt vorhanden sind, gering. Die Würfel aus flüssigem Beton haben ein etwas geringeres Raumgewicht als die aus Balken geschnittenen Körper.

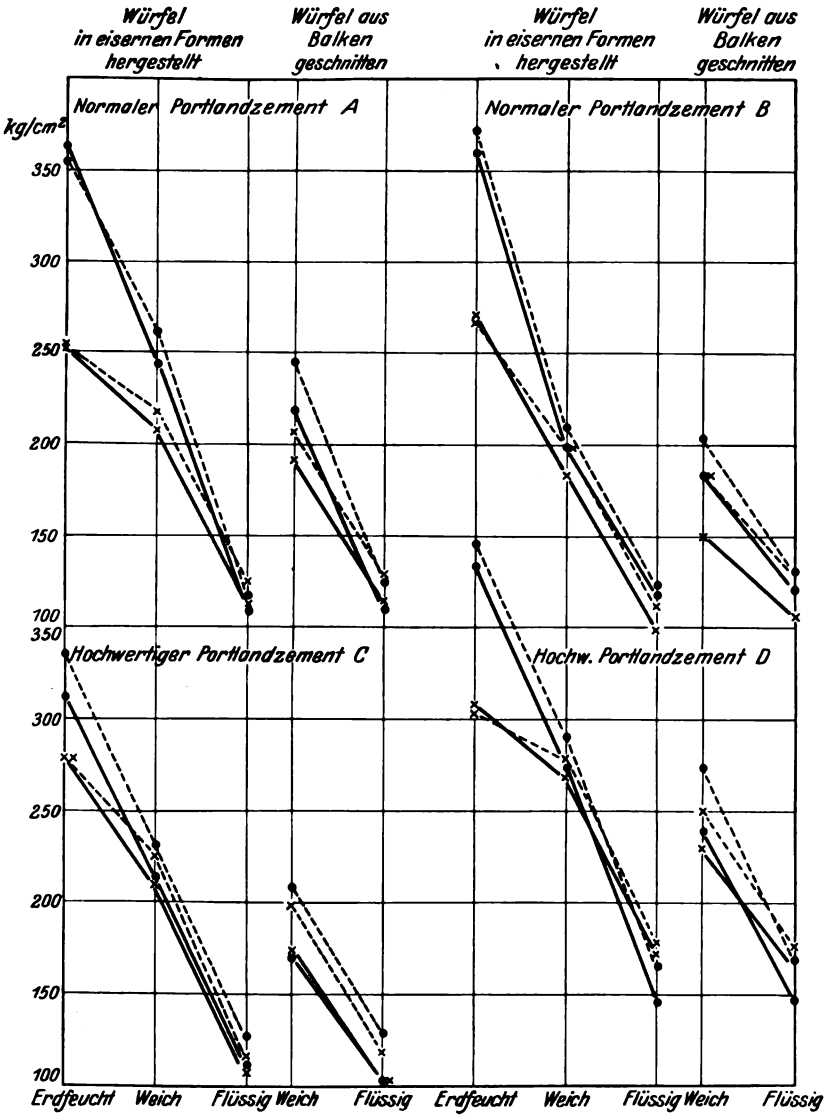


Abb. 2.

Aus den Ergebnissen der Druckversuche mit Beton, deren Mittelwerte zwecks besserer Übersicht in Tafel 10 wiedergegeben und in Abb. 2 zeichnerisch dargestellt sind, ist folgendes zu ersehen:

Von den 4 Zementen liefert der hochwertige Zement D, entsprechend seinen höchsten Normenfestigkeiten, die größten Betonfestigkeiten. Etwas geringere, jedoch unter sich wenig verschiedene Festigkeiten ergeben der normale Portlandzement A und der hochwertige Portlandzement C, der normale Portlandzement B die niedrigsten Festigkeiten. In der Mischung mit dem höchsten Wasserzusatz werden die Unterschiede in der Festigkeit der 3 letztgenannten Zemente etwas geringer und verschwinden zum Teil völlig.

Digitized by Google

Mit steigendem Wasserzusatz verringert sich die Festigkeit des Betons, ein Ergebnis, das lediglich das aller ähnlichen Versuche bestätigt. Das Verhältnis der Druckfestigkeit des erdfeuchten Betons zu der des weichen und flüssigen stellt sich durchschnittlich wie folgt:

	nach 28 Tagen	nach 45 Tagen
für Kossebauder Kies	100 : 65 : 32	100 : 70 : 37
für Steinfurther Kies	100 : 78 : 44	100 : 83 : 48

Das Verhältnis bessert sich also mit zunehmendem Alter der Probekörper. Es ist für den Steinfurther Kies etwas günstiger als für den Kossebauder Kies.

Von den 4 Zementen verhalten sich bezüglich des Einflusses des Wasserzusatzes durchschnittlich der normale Portlandzement B am ungünstigsten und der hochwertige Portlandzement D am günstigsten.

Die Festigkeit der in Formen hergestellten Probekörper ist bei dem weich angemachten Beton in allen Fällen, also für alle 4 Zemente, die beiden Kiese und die beiden Wasserzusätze, höher als die der aus den Balken geschnittenen Körper. Das Verhältnis dieser beiden Festigkeiten, also der Würfelfestigkeit und der Betonfestigkeit, zueinander, beträgt durchschnittlich

	nach 28 Tagen	nach 45 Tagen
für Kossebauder Kies	100 : 87	100 : 94
für Steinfurther Kies	100 : 86	100 : 91

Hiernach ist also die Betonfestigkeit für beide Kiese nach 28 Tagen um 13 bzw. 14% und nach 45 Tagen um 6 bzw. 9% geringer als die Würfelfestigkeit.

Bei dem flüssigen Beton ist der Unterschied zwischen beiden Festigkeiten für alle 4 Zemente nur sehr gering. Das durchschnittliche Verhältnis der beiden Festigkeiten zueinander ergibt sich

	nach 28 Tagen	nach 45 Tagen
für Kossebauder Kies	100 : 94	100 : 104
für Steinfurther Kies	100 : 100	100 : 102

Die beiden Festigkeiten sind also im wesentlichen einander gleich.

Allgemein läßt sich nach dem vorliegenden Prüfungsbefund folgern, daß bei vorschriftsmäßiger Herstellung der Probekörper in Formen und bei sachgemäßer Ausführung des Betonbauwerks die Würfelfestigkeit, falls der Beton weich angemacht, etwas höher ist als die Betonfestigkeit, und, falls er flüssig angemacht wird, gleich ist der Betonfestigkeit.

Etwas über Mörtelsande.

Von **H. Burchartz**[1].

I. Rheinsand im Vergleich mit Normensand.

Eine Zementfabrik beantragte die Prüfung ihres hochwertigen Zementes nach den Normen und darüber hinaus auf Mörtelfestigkeit in der Mischung 1 : 3 (nach Gewichtsteilen) mit Rheinsand. Für letztere Untersuchung wurde von der Firma Lorenz Menz, Mainz-Castell, Rheinsand bezogen (nachstehend mit I bezeichnet) und nach dem Trocknen und Absieben auf dem Siebe von 5 mm Maschenweite zur Herstellung der Probekörper für die Festigkeitsversuche verwendet.

Wider Erwarten lieferte, wie aus den Zahlen der Reihen 1 und 2 in Tafel 1, in der die Durchschnittswerte der vorgenommenen Festigkeitsversuche verzeichnet sind, zu ersehen ist, der Mörtel aus Rheinsand, wenigstens zum Teil, geringere Werte als der aus Normensand. Dieses Ergebnis gab Veranlassung, die Festigkeitsversuche mit einem anderen Rheinsand, und zwar einem solchen, der von dem Laboratorium des Vereins Deutscher Portlandzementfabrikanten, Karlshorst, zur Verfügung gestellt wurde (nachstehend mit II bezeichnet), zu wiederholen.

[1] Original: Zement 15, Nr. 20, S. 356/59 (1926).

Der Mörtel aus diesem Rheinsand ergab wesentlich höhere Festigkeiten als der aus Rheinsand I (s. Reihe 3 in Tafel 1).

Schließlich wurden auch noch Festigkeitsversuche mit einem Rheinsand ausgeführt, der alten Beständen des Materialprüfungsamtes entstammte (nachstehend mit III bezeichnet).

Die Ergebnisse dieser Versuche, die gleichfalls in Tafel 1 (Reihe 4) enthalten sind, sind noch günstiger als die der mit Rheinsand I und auch sogar als die der mit Rheinsand II ausgeführten.

Zur besseren Übersicht sind die Festigkeitswerte in Abb. 1 zeichnerisch dargestellt.

Um Aufklärung über das unterschiedliche Verhalten der 3 Rheinsande zu gewinnen, wurden diese auf Dichtigkeitsverhältnisse und Kornzusammensetzung untersucht. Die Ergebnisse dieser Prüfungen sind in Tafel 2 verzeichnet und die der Siebversuche außerdem in Abb. 2 zeichnerisch dargestellt, und zwar als die Durchgänge durch die einzelnen Siebe.

Setzt man statt der Maschenzahl der zur Prüfung benutzten Siebe deren Maschenweite, so liegen die nach

Tafel 1. Ergebnisse der Festigkeitsversuche mit Mörtel aus Normensand und Rheinsand (1 : 3). Mittelwerte aus je 10 Zug- und 5 Druckproben.

Versuchsreihe Nr.	Art des Sandes	Wasserzusatz %	Zugfestigkeit in kg/cm² nach 2 Tagen Wasserlagerung	3 Tagen Wasserlagerung	7 Tagen Wasserlagerung	28 Tagen Wasserlagerung	28 Tagen komb. Lagerung	Druckfestigkeit in kg/cm² nach 2 Tagen Wasserlagerung	3 Tagen Wasserlagerung	7 Tagen Wasserlagerung	28 Tagen Wasserlagerung	28 Tagen komb. Lagerung
1	Normensand	8,0	35,1	37,4	39,0	39,3	51,9	491	551	602	671	682
2	Rheinsand I	7,0	37,1	39,3	38,5	40,8	57,9	476	558	594	636	783
3	Rheinsand II	7,0	41,1	47,4	51,4	52,4	69,7	547	656	753	757	810
4	Rheinsand III	7,0	45,3	46,6	52,3	55,2	72,2	720	821	901	987	1023

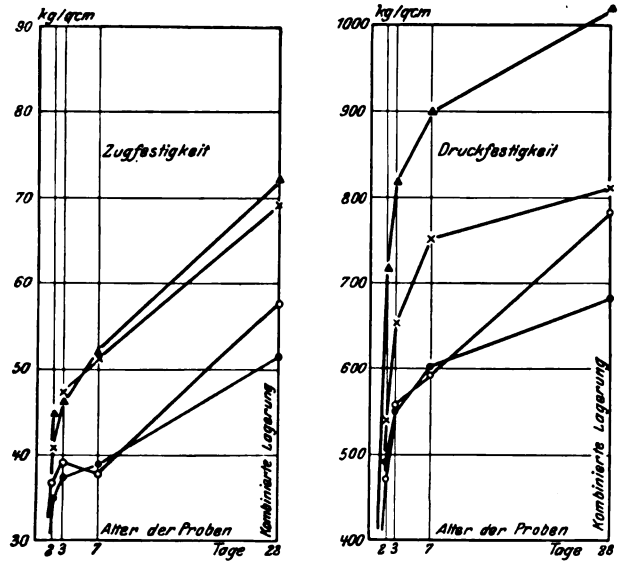
Digitized by Google

Tafel 2. Ergebnisse der Prüfung der Rheinsande[1] auf Dichtigkeitsverhältnisse und Kornzusammensetzung. Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen.

Art des Sandes	Raumgewicht in kg/l		Spezifisches Gewicht	Dichtigkeitsgrad	Undichtigkeitsgrad	Kornzusammensetzung[2]							
	eingelaufen	eingerüttelt				Durchgang durch das feinste Sieb	Rückstand in % auf den Sieben mit der übergeschriebenen Anzahl Maschen auf 1 cm²						mit der Maschenweite von 5 mm
	Rl	Rr	s	$\frac{Rr}{s} = d$	1 − d = u	%	900	324	120	60	16	4	
Rheinsand I	1,540	1,750	2,632	0,670	0,330	2,0	98,0	78,0	19,4	6,0	1,4	0,2	0,0
							2,0	**20,0**	**58,6**	**13,4**	**4,6**	**1,2**	**0,2**
Rheinsand II	1,630	1,870	2,661	0,700	0,300	2,0	98,0	78,0	47,6	33,6	19,6	5,0	0,0
							2,0	**20,0**	**30,4**	**14,0**	**14,0**	**14,6**	**5,0**
Rheinsand III	1,710	1,910	2,673	0,720	0,280	2,1	97,9	91,9	65,4	47,6	29,4	8,0	0,0
							2,1	**6,0**	**26,5**	**17,8**	**18,2**	**21,4**	**8,0**

der Siebanalyse gewonnenen Kornfraktionen der 3 Rheinsande im wesentlichen innerhalb folgender Korngrößenordnungen (abgerundet):

	0,2—0,3 mm	0,3—0,6 mm	0,6—1 mm	1—1,7 mm	1,7—5 mm
Rheinsand I	22%	59%	13%	5%	1%
„ II	22%	30%	14%	14%	20%
„ III	8%	27%	18%	18%	30%



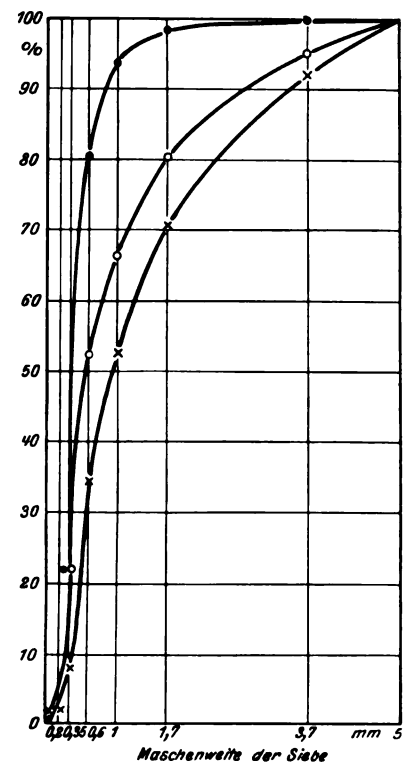
● Normensand, o Rheinsand I, x Rheinsand II, ▲ Rheinsand III.

Abb. 1. Ergebnisse der Festigkeitsversuche nach Tafel 1.

Diese Kornanteile sind in Abb. 3 zeichnerisch dargestellt.

Zunächst geht aus Tafel 2 ohne weiteres hervor, daß die Rheinsande verschiedenen Dichtigkeitsgrad bzw. verschiedenen Gehalt an Hohlräumen aufweisen, und zwar ist Rheinsand I am wenigsten dicht ($u = 0{,}330$)[3], II etwas dichter ($u = 0{,}300$) und III am dichtesten ($u = 0{,}280$). Ferner ist zu ersehen, daß die Sande auch in ihrer Kornzusammensetzung sehr verschieden sind. In Rheinsand I überwiegt das feine Korn; rund 80% liegen zwischen 0,2 und 0,6 mm und rund 20% zwischen 0,6 und 5 mm.

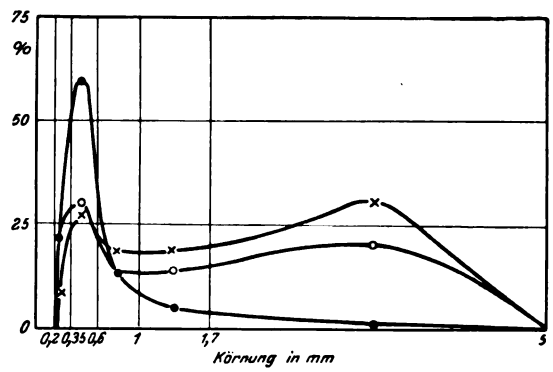
Rheinsand II ist etwas gröber; rund 50% liegen zwischen 0,2 und 0,6 mm und rund 50% zwischen 0,6 und 5 mm. Rheinsand III ist am gröbsten; rund 35% liegen zwischen 0,2 und 0,6 mm und rund 65% zwischen 0,6 und 5 mm.



● Rheinsand I, o Rheinsand II, x Rheinsand III.

Abb. 2. Kornzusammensetzung der Rheinsande nach Tafel 2 (Durchgänge durch die Siebe).

Siebe mit. . . 900 324 120 60 16 4 Maschen/qcm
Maschenweite . 0,2 0,35 0,6 1,0 1,7 3,7 mm.



● Rheinsand I, o Rheinsand II, x Rheinsand III.

Abb. 3. Darstellung der Kornanteile nach Körnungen in mm (Rückstände zwischen den Sieben).

[1] Die Sande wurden vor der Prüfung getrocknet und auf einem Siebe von 5 mm Maschenweite abgesiebt; der Rückstand wurde ausgehalten.

[2] Die fettgedruckten Zahlen bedeuten die Rückstände zwischen je zwei Sieben.

[3] Rheinsand I entspricht hinsichtlich der Dichtigkeitsverhältnisse annähernd dem Normensand. Der Dichtigkeitsgrad von Normensand beträgt nämlich im Mittel 0,640 und der Undichtigkeitsgrad 0,360.

Digitized by Google

Aus diesem Prüfungsbefunde erklärt sich ohne weiteres der Unterschied in den Ergebnissen der Festigkeitsversuche. Mit steigendem Dichtigkeitsgrade verbessern sich die Mörtelfestigkeiten. Der dichteste und dabei im wesentlichen grobkörnige Sand liefert die höchsten Festigkeiten.

Diese Ergebnisse lehren, daß der Begriff „Rheinsand" durchaus kein einheitliches Material darstellt und Rheinsande je nach ihrer Gewinnungsstelle in Kornzusammensetzung und Dichtigkeitsverhältnissen sehr verschieden sein können. Sie mahnen zu der Vorsicht, Sand, auch wenn er als Rheinsand geliefert ist, nicht ohne Vorprüfung zu Versuchszwecken zu verwenden.

II. Einfluß des Zusatzes von Steinmehl zu Sand.

Nachstehender Fall ist deshalb für die Allgemeinheit von Belang, weil er zeigt, daß Sande mit sehr hohem Dichtigkeitsgrad, also sehr geringem Gehalt an Hohlräumen, unter Umständen geringere Mörtelfestigkeiten liefern können als solche mit geringem Dichtigkeitsgrad.

Eine Baubehörde wünschte die Untersuchung des für den Bau einer Talsperre in Aussicht genommenen, in seiner Kornzusammensetzung an sich nicht günstigen Grubensandes (Quarzsand) daraufhin, wie dieser durch Mischen mit anderen Sanden verbessert werden könne.

Da natürliche Sande für diesen Zweck nicht zur Verfügung standen, sollte die Verbesserung des Grubensandes durch Zusatz von Sand versucht werden, der durch Zerkleinern von Naturgestein gewonnen war. Hierfür kamen in Frage Diabas und Kalkstein.

Aus diesen Gesteinen wurden demzufolge zunächst Sande in der Weise hergestellt, daß Gesteinstücke in einem Walzwerk bzw. einer Kugelmühle zerkleinert und die gewonnenen Sande auf einem Siebe von 7 mm Maschenweite abgesiebt wurden. Der auf dem Siebe verbleibende Rückstand wurde ausgehalten. Die beiden so erzeugten Sande wurden dann jeder für sich mit dem Grubensand in verschiedenen Mengenverhältnissen (nach Raumteilen) gemischt und das Raumgewicht der einzelnen Gemische festgestellt. Das Gemisch mit dem höchsten Raumgewicht wurde als das günstigste, d. h. dichteste angesehen. Als solches ergab sich für den Diabassand das Gemisch

3 Rtl. Diabassand + 1 Rtl. Grubensand[1] (Mischung a)

und für den Kalksteinsand das Gemisch

2 Rtl. Kalksteinsand + 1 Rtl. Grubensand

(Mischung b).

Diese Gemische wurden auf Dichtigkeitsgrad und Kornzusammensetzung und ferner im Vergleich mit Normensand in der Mischung 3 : 1 mit Portlandzement (nach Gewichtsteilen) auf Mörtelfestigkeit (Druckfestigkeit) nach 28 Tagen kombinierter Lagerung geprüft. Die Ergebnisse sämtlicher Prüfungen sind in Tafel 3 und 4 verzeichnet.

Die Behörde wünschte nunmehr durch Versuche festgestellt zu haben, ob es nicht möglich wäre, die gewonnenen Gemische, deren Dichtigkeitsgrad gegenüber dem eines guten Mörtelsandes immerhin noch ungünstig war (der Dichtigkeitsgrad der Mischung a war 0,720, der der Mischung b 0,740)[2], durch Zusatz von Steinmehl in der Körnung 0 bis 0,5 mm dichter zu machen, und zwar sollte der Mischung a Diabasmehl und der Mischung b Kalksteinmehl zugesetzt werden.

Tafel 3. Ergebnisse der Prüfung der Sandgemische[1] auf Dichtigkeitsverhältnisse und Kornzusammensetzung. Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen.

Art des Sandes	Raumgewicht in kg/l eingelaufen Rl	Raumgewicht in kg/l eingerüttelt Rr	Spezifisches Gewicht s	Dichtigkeitsgrad $\frac{Rr}{s} = d$	Undichtigkeitsgrad 1 − d = u	Kornzusammensetzung[2]: Durchgang durch das feinste Sieb %	Rückstand in % auf den Sieben: mit der übergeschriebenen Anzahl Maschen auf 1 qcm: 900	324	120	60	16	4	mit der Maschenweite von 7 mm
Gemisch aus 3 Rtl. Diabassand + 1 Rtl. Grubensand (Mischung a)	1,600	1,930	2,670	0,720	0,280	12,8	87,2	81,3	66,9	57,5	37,1	16,1	0,0
							12,8	**5,9**	**14,4**	**9,4**	**20,4**	**21,0**	**16,1**
Gemisch aus 2 Rtl. Kalksteinsand + 1 Rtl. Grubensand (Mischung b)	1,630	1,930	2,610	0,740	0,260	8,3	91,7	87,5	71,9	61,3	42,8	21,6	0,0
							8,3	**4,2**	**15,6**	**10,6**	**18,5**	**21,2**	**21,6**
66²/₃% Mischung a + 33¹/₃% Diabasmehl[3]	1,700	2,150	2,648	0,810	0,190	29,1	70,9	65,0	57,0	50,4	36,4	13,9	0,0
							29,1	**5,9**	**8,0**	**6,6**	**14,0**	**22,5**	**13,9**
66²/₃% Mischung b + 33¹/₃% Kalksteinmehl[3]	1,700	2,170	2,574	0,840	0,160	28,6	71,4	66,0	56,7	49,8	35,8	19,4	0,0
							28,6	**5,4**	**9,3**	**6,9**	**14,0**	**16,4**	**19,4**

[1] Kiessand, Diabas- und Kalksteinsand wurden vor der Prüfung auf einem Siebe von 7 mm Maschenweite abgesiebt; der Rückstand wurde ausgehalten.

[2] Die fettgedruckten Zahlen bedeuten die Rückstände zwischen je zwei Sieben.

[3] Das Diabas- und Kalksteinmehl wurden gewonnen, indem Diabas- und Kalksteinsand in einer Kugelmühle soweit zerkleinert wurden, daß die gewonnenen Körnungen zwischen 0,0 und 0,5 mm lagen.

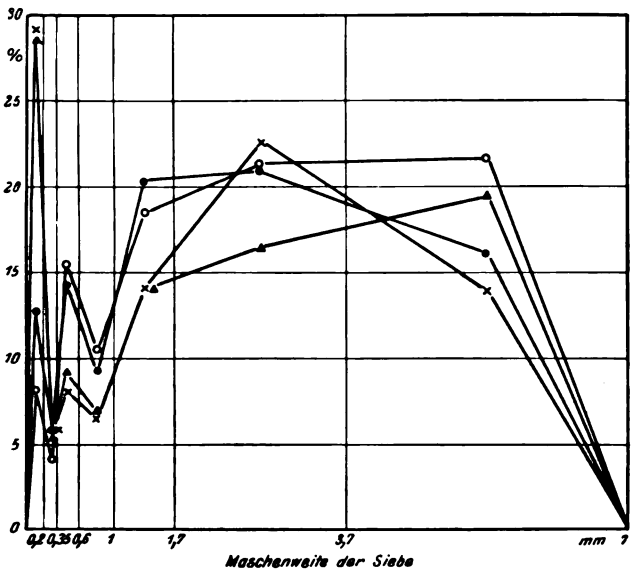
[1] Der Grubensand war ebenfalls auf einem Siebe mit 7 mm Maschenweite abgesiebt. Der Sand war für die Versuche vorher getrocknet.

[2] Der Dichtigkeitsgrad guter Mörtelsande sollte mindestens 0,750, deren Undichtigkeitsgrad also höchstens 0,250 betragen.

Digitized by Google

Die dahingehenden Versuche wurden mit den durch Zerkleinern des Diabas- und Kalksteinsandes in einer Kugelmühle gewonnenen Mehlen der geforderten Körnung vorgenommen und führten zu über Erwarten günstigen Ergebnissen, und zwar erzielte man für die beiden Mischungen a und b durch Zusatz von Diabas- bzw. Kalksteinmehl im Verhältnis 2 : 1 (nach Raumteilen) Sand mit einem Undichtigkeitsgrad von nur 0,190 bzw. 0,160.

Die Dichtigkeitsverhältnisse und Kornzusammensetzung der beiden Gemische sind aus Tafel 3 ersichtlich und letztere zur leichteren Übersicht in Abb. 4 zeichnerisch dargestellt. Mit Mörteln aus beiden Sanden und



● Mischung a, ○ Mischung b, × Gemisch aus 66²/₃% Mischung a + 33¹/₃% Diabasmehl, ▲ Gemisch aus 66²/₃% Mischung b + 33¹/₃% Kalksteinmehl.

Abb. 4. Darstellung der Kornzusammensetzung der Sande ohne und mit Steinmehlzusatz (Rückstand zwischen den Sieben).

Portlandzement im Verhältnis 3 : 1 wurden ebenfalls Festigkeitsversuche im Vergleich mit Normensandmörtel ausgeführt. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in Tafel 4 verzeichnet.

Der Befund war zunächst überraschend; denn während man hätte erwarten sollen, daß die in ihren Dichtigkeitsverhältnissen so günstigen Sandgemische im Vergleich zu Normensand noch stärker erhöhte Mörtelfestigkeiten liefern würden als die Mörtel aus den Sanden ohne Mehlzusatz, war die Festigkeitsverbesserung im Vergleich zu der durch die Sande ohne Mehlzusatz erzielten nur mäßig. Wie nämlich aus den Zahlen der letzten Längsspalte der Tafel 4, die das Verhältnis der Festigkeiten der Mörtel aus den Sandgemischen gegenüber der des Normensandmörtels (diesen: 100 gesetzt) darstellen, hervorgeht, beträgt die Festigkeitszunahme der Mörtel aus den Sanden ohne Mehlzusatz 36 bzw. 51%: dagegen die der Mörtel aus den Sanden mit Mehlzusatz nur 21 bzw. 18%[1].

Tafel 4. Ergebnisse der Prüfung der Mörtel (1 : 3) auf Druckfestigkeit.

Mittelwerte aus je fünf Einzelversuchen. Art der Lagerung: Kombinierte Lagerung. Alter der Proben: 28 Tage.

Mischung in Gewichtsteilen	Wasserzusatz %	Druckfestigkeit kg/cm²	Verhältniszahlen Festigkeit des Normensandmörtels = 100 gesetzt
1 Zement + 3 Normensand	8,5	472	100
1 Zement + 3 Mischung a	8,0	642	136
1 Zement + 3 Mischung b	8,0	711	151
1 Zement + 3 Normensand	8,5	380	100
1 Zement + 3 Gemisch aus 66²/₃% Mischung a + 33¹/₃% Diabasmehl	9,0	461	121
1 Zement + 3 Gemisch aus 66²/₃% Mischung b +33¹/₃% Kalksteinmehl	9,0	449	118

Der vorliegende Befund wird aber erklärlich, wenn man bedenkt, daß durch den Zusatz der Mehle zwar die Dichtigkeitsverhältnisse der Sande verbessert wurden, daß aber gleichzeitig hierdurch die Gesamtheit der Kornoberfläche der Sandmassen wesentlich vergrößert wurde, was einen stärkeren Verbrauch an Zement zur Bindung der einzelnen Körner zur Folge hatte.

Die Versuche lehren einerseits, daß der Dichtigkeitsgrad eines Sandes allein nicht maßgebend für dessen Güte ist und andererseits, daß von dem Zusatz von Steinmehlen, wenigstens solchen, die chemisch unwirksam sind, d. h. mit dem Zement nicht in chemische Wechselwirkung treten können, zu Mörtel oder Beton mit Vorsicht Anwendung zu machen ist (s. auch Burchartz: Kann Traß durch Steinmehl ersetzt werden? Zement 1925, Nr 15 u. 16. Dieses Sonderheft, S. 37).

[1] Daß die Festigkeit der Mörtel aus den Sanden mit Mehlzusatz im Vergleich zu der der Mörtel aus den Sanden ohne Mehlzusatz an sich geringer ausfiel, ist lediglich darauf zurückzuführen, daß zu den Versuchen mit ersteren ein Zement mit geringerer Normenfestigkeit verwendet worden war.

Digitized by Google

Beitrag zur Frage der Beeinflussung des Abbindens und Erhärtens von Portlandzement durch Zusätze zum Anmachewasser, insbesondere durch Zuckerlösung.

Von **H. W. Gonell.**

(Vorläufige Mitteilung[1].)

Der Vorgang des Abbindens und Erhärtens von Portlandzement kann durch gewisse wasserlösliche Beimischungen entscheidend beeinflußt werden. Eines der bekanntesten Beispiele ist die verzögernde Wirkung des Gipses, der deshalb zur Regelung der Abbindezeit dem Zementklinker zugesetzt wird.

Die Erforschung der Ursachen dieser Beeinflussung der genannten Vorgänge ist nicht nur von Wert, um bei in der Praxis vorkommenden Fällen geeignete Vorsichtsmaßnahmen treffen zu können, sondern auch von größter prinzipieller Bedeutung. Ist doch sicher von der Klärung dieser Fragen rückschließend eine Vertiefung unserer Erkenntnis des Wesens des Abbindens und Erhärtens der hydraulischen Bindemittel zu erwarten.

Schon vor längerer Zeit wurde beobachtet, daß im Zementmehl oder im Anmachewasser enthaltene geringfügige Zuckermengen das Abbinden verzögern oder völlig verhindern. So wird von der Nichterhärtung von Beton berichtet, der mit in alten Zuckersäcken geliefertem Zement hergestellt wurde[2], eine Möglichkeit, die ja bei der jetzt allgemein üblichen Lieferungsart in Papiersäcken kaum mehr in Betracht kommt. Ferner wird von Schäden in Zuckerfabriken oder -lagern berichtet, wo der Beton beim Anmachen mit Zucker in Berührung gekommen war[3]. Es wurde festgestellt, daß ganz geringfügige Mengen (0,2%, 0,4%, bezogen auf den Zement) zur Erzeugung der Abbindestörungen genügten.

Planmäßige Versuche im Laboratorium ergaben, daß schon 0,1% Zucker im Zement ausreichen, um eine Störung des Abbindevorganges und eine beträchtliche Festigkeitsminderung zu bewirken[4]. Bei den im folgenden beschriebenen Untersuchungen wurde in erster Linie auf die früher im Materialprüfungsamt durchgeführten Versuche zurückgegriffen[5]. Damals wurde 0,1-, 0,25-, 0,5-, 1- und 3proz. Zuckerlösung als Anmachewasser verwendet (das sind etwa 0,04, 0,09, 0,18, 0,35, 1,05%, bezogen auf Zement). Es wurde beobachtet, daß bei Konzentrationen von weniger als 0,25% im Anmachewasser die Erhärtung sogar günstig beeinflußt wird, bei höheren Konzentrationen eine zunehmende Verminderung, insbesondere der Anfangsfestigkeit erfolgt. Bei ausreichend langer Lagerung (3 Monate bis 1 Jahr) nähern sich die Festigkeiten wieder den normalen, wie

Tafel 1.

Druckfestigkeit von Normenwürfeln aus Mörtel 1 : 3, angemacht mit 1 proz. Zuckerlösung bei Wasserlagerung.

	Anmache-flüssigkeit	3 Tage	7 Tage	28 Tage	3 Mon.	1 Jahr
Portland-zement I	Leitungs-wasser	—	260	353	—	—
	1% Zucker-lösung	—	26	42	—	—
Portland-zement II	Leitungs-wasser	—	220	317	420	—
	1% Zucker-lösung	Proben haben Risse und zerfallen bei Berührung				
Portland-zement III	Leitungs-wasser	197	264	382	473	543
	1% Zucker-lösung	7,1	8,5	12,1	332	555

auch eine inzwischen auf Veranlassung von Herrn Prof. Burchartz durchgeführte Untersuchung gezeigt hat (Tafel 1)[1]. Eine vergleichende Betrachtung der Prüfungsergebnisse der drei bisher im Amt auf ihr Verhalten beim Abbinden mit Zuckerlösung untersuchten Portlandzemente zeigt, daß keine Übereinstimmung besteht. Hier machen sich anscheinend die geringfügigen Schwankungen der chemischen Zusammensetzung bemerkbar.

Wie schon von anderen Autoren ausgeführt wurde, scheint es bei der geringen Konzentration, die zur Hervorrufung der Störungen ausreicht, ausgeschlossen, daß nur die Lösung von Klinkerbestandteilen oder etwa kristalline Neubildungen (ähnlich dem „Zementbazillus") die Ursache sind. Sicher ist, daß die Zuckerlösung Kalk aus dem Zement herauslöst und sich Kalziumsaccharat bildet, denn das Lösungsvermögen von Zuckerlösung für CaO ist bedeutend höher als das von reinem Wasser[2]. Nach Lamp[3] und v. Lippmann[4] lösen 100 ccm 10proz. Zuckerlösung 1,8 g CaO gegenüber einer Löslichkeit von 0,13 g CaO in reinem Wasser.

Nach anderen Autoren werden auch Kalziumsilikate und -aluminate, Hydrate der Kieselsäure, Tonerde und Eisenoxyd angegriffen, während Kalziumkarbonat in nur wenig höherem Maße als von reinem Wasser gelöst wird[5]. Dagegen wird $CaCO_3$ von Kalziumsaccharat gelöst, das auch Fe_2O_3 und Al_2O_3 zu lösen vermag. Der normale Abbindevorgang kann im allgemeinen durch

[1] Vollständige Arbeit vgl. Zement 18, Nr. 12, S. 372/76, Nr. 14, S. 437/41, Nr. 15, S. 472/74. 1929.

[2] Eng. News Bd. 69, Nr. 10. 1913; Tonind.-Zg. Bd. 41, S. 727. 1917, Nr. 109, Ref. aus „Ingenören", Kopenhagen.

[3] Hundeshagen: Zement Bd. 12, S. 21. 1923; Z. angew. Chem. Bd. 36, S. 53. 1923.

[4] Hundeshagen, a.a.O.; Burchartz und v. Wrochem, Mitt. d. Staatl. Materialprüfungsamtes 1923, S. 79ff.; Zement Bd. 13, S. 11. 1924.

[5] Burchartz und Rodt: Zement Bd. 13, S. 509. 1924.

[1] Die Zahlen verdanke ich Herrn Prof. H. Burchartz.

[2] J. Weißberg: Bull. Chim 1900, S. 741; Tonind.-Zg. 1909, S. 1469.

[3] Lamp, La sucrerie indigène et coloniale II, S. 19.

[4] E. O. v. Lippmann: Die Zuckerarten, 2. Aufl., S. 1144.

[5] Rebuffat: Tonind.-Zg. Bd. 23, S. 782, 823, 901. 1899; M. Michaelis: Tonind.-Zg. Bd. 23, S. 853. 1899; W. Jufereff: Tonind.-Zg. Bd. 32, S. 280/81. 1908; E. Donath: Chem. Ind. (Brünn), Bd. 34, S. 123. 1911; Z. Zuckerind. Tschecho-Slow. Republik 1923, S. 652/53; Zement Bd. 13, S. 67. 1924.

Digitized by Google

die Untersuchungen von Blumenthal, Kaisermann, Ambronn, v. Glasenapp[1] als erforscht gelten. Es entstehen kristalline und kolloide Bildungen nebeneinander, von denen letztere mit fortschreitender Erhärtung allmählich kristallin werden, so das auch nach Jahren noch fortschreitende Nacherhärten bedingend.

Bekannt ist, daß Weinsäure, Zucker u. a. organische Verbindungen die quantitative Fällung von Al_2O_3 und Fe_2O_3 beeinträchtigen. Es liegt nahe, daran zu denken, daß ähnliches die Entwicklung der beim normalen Abbinden entstehenden Neubildungen beeinflußt, so daß etwa eine Ausflockung anfangs solförmig vorhandener Substanzen bzw. die Bildung von Kristallen verhindert wird. Besonders hinzuweisen ist hier auch auf die umfangreichen Arbeiten V. Kohlschütters, über topochemische Reaktionen[2] und über „somatoide" Bildungsformen[3]. Als „Somatoide" bezeichnet Kohlschütter Bildungsformen, die durch Störung des normalen Kristallisationsverlaufs entstehen, z. B. bei der Abscheidung einer Substanz aus ihrer Lösung in Gegenwart von Lösungsgenossen. Diese beeinflussen unter Umständen die Abscheidung derart, daß z. B. statt der normalen Kristallform eine andere, statt wohlausgebildeter Einzelkristalle unregelmäßige Polykristalle oder gelförmige Bildungen treten. Offenbar stehen wir hier am Anfang der Entwicklung eines Gebietes, das gerade für die Erforschung der Abbinde- und Erhärtungsvorgänge von Zement nicht ohne Bedeutung sein dürfte.

Bei der Erforschung des Abbindens und Erhärtens von mit Wasser angemachtem Zement haben mikroskopische Untersuchungen insbesondere von Pulverpräparaten gute Dienste geleistet[1].

Dagegen sind zur Untersuchung des Einflusses von Beimischungen mikroskopische Verfahren bisher kaum zur Anwendung gelangt. In der Regel beschränkte man sich auf makroskopische Beobachtungen und Festigkeitsprüfungen. Die Herstellung von Dünnschliffen von den mürben oder zerfallenen Mörtelkörpern ist ja auch in vielen Fällen erschwert bzw. unmöglich. Dagegen sollte die Beobachtung von Pulverpräparaten mehr als bisher in den Kreis der Untersuchungsverfahren einbezogen werden. Wenngleich hier die Verhältnisse nicht voll der Wirklichkeit entsprechen, da man zur Erzielung genügend durchsichtiger und deutlicher Präparate zweckmäßig mit einer bestimmten Kornfraktion arbeitet und natürlich stets einen großen Flüssigkeitsüberschuß anwenden muß. Die entstehenden Neubildungen können sich aber in derartigen Präparaten viel besser als im Dünnschliff entwickeln, so daß ihre Erkennung und gegebenenfall kristallographische Identifizierung leichter ist als in Dünnschliffen[1]. In der vorliegenden Arbeit wurden daher neben Normenprobekuchen und aus diesen hergestellten Dünn- und Anschliffen vor allem mikroskopische Pulverpräparate untersucht. Da frühere Untersuchungen mit schwachen Zuckerkonzentrationen nicht zu eindeutigen Schlüssen geführt hatten, wurde versucht, der Lösung des Problems durch einseitige Übertreibung der Versuchsbedingungen näher zu kommen. Dementsprechend wurden Zuckerlösungen von 1 bis 10% Zuckergehalt verwendet.

Im folgenden soll über die Ergebnisse der bisherigen Untersuchungen, soweit sie sich schon heute mit einiger Sicherheit überblicken lassen, kurz berichtet werden. Die Mitteilung des ganzen Materials muß der endgültigen Veröffentlichung, die in der Zeitschrift „Zement" erscheinen wird, vorbehalten bleiben[2].

1. Versuche mit Probekuchen.

A. 1. Versuchsreihe.

Es wurden Abbindekuchen der üblichen Größe aus Portlandzement (A) mit Leitungswasser, 1proz., 3proz. und 10proz. Zuckerlösung angemacht und unmittelbar nach dem Anmachen in feuchter Luft, Zimmerluft, unter Luftabschluß und in feuchter CO_2-Atmosphäre gelagert. Die Erscheinungen waren im allgemeinen bei allen Zuckerkonzentrationen die gleichen.

Trockene (Zimmer-) Luft: Mit 1- und 3proz. Zuckerlösung angemachte Kuchen bekamen im Gegensatz zu mit Leitungswasser angemachten keine Schwindrisse. An der Oberseite befand sich eine etwa 0,3 cm starke erhärtete, mit dem Fingernagel nicht ritzbare Schicht. Unterseite und Inneres waren dagegen leicht ritzbar und mürbe.

Mit Feuchtigkeit gesättigte Luft: Dauernd in einem geringen Volumen[3] feuchter Luft (also wenig Kohlensäure) gelagert, blieben Oberfläche und Inneres der Kuchen während der Beobachtungszeit gleich mürbe. Auch nach 6 Monaten konnte kein erhebliches Fortschreiten der Erhärtung bemerkt werden.

Feuchte CO_2-Atmosphäre: An der Oberseite bildet sich eine etwa 0,6 mm dicke erhärtete Schicht, die von dem darunter befindlichen Teil des Kuchens abgehoben werden kann. Dieser ist ebenso mürbe wie bei den vorigen Versuchen. Bringt man frische Bruchflächen der Kuchen in feuchte CO_2, so werden sie binnen 1 bis 2 Tagen in der gleichen Tiefe wie die Oberseite fest.

Bei 10proz. Zuckerlösung wurden im wesentlichen dieselben Beobachtungen gemacht. Nur traten bei sofortiger Lagerung an trockener Luft Schwindrisse auf. Wurden zuerst feucht gelagerte Kuchen an Zimmerluft getrocknet, so trat erhebliche Schwindung ein. Die Kuchen blieben zwar rißfrei, krümmten sich aber kalottenförmig (vgl. Abb. 1c).

B. 2. Versuchsreihe:

In Ergänzung der Versuchsreihe A und zur Klärung einiger bei den mikroskopischen Untersuchungen auf-

[1] Vgl. in erster Linie: H. Ambronn: Tonind.-Zg. 1909, Nr. 28; S. Kaisermann: Kolloidchem. Beihefte Bd. 1, S. 423—53. 1909—1910; F. Blumenthal: Zement Bd. 3, S. 20, 54, 61, 96. 1914; M. v. Glasenapp: Protokoll d. Vereins d. Portl.-Zem.-Fabrikanten 1914, S. 245.

[2] V. Kohlschütter: Z. allg. u. anorg. Chem. Bd. 105. 1918 (grundlegende Arbeit über topochemische Reaktionen); V. Kohlschütter: Koll.-Z. Bd. 42, S. 254. 1927, mit Literaturverzeichnis.

[3] V. Kohlschütter und C. Egg: Helvetia chim. acta Bd. 8, S. 457/69. 1925.

[1] In jüngster Zeit wurde dieses Verfahren von K. Biehl mit Erfolg angewendet (Zement Bd. 17, S. 487. 1928).

[2] Vgl. Anm. 1 auf S. 58.

[3] Die Kuchen befanden sich unter einem mit Paraffin an der Unterlage festgekitteten Uhrglas.

Digitized by Google

tauchender Fragen wurde eine weitere Reihe von Probekuchen mit verschiedenen Zusätzen zum Anmachewasser untersucht. Und zwar wurde, um die Frage zu prüfen, ob etwa nur die Lösung von Kalk die Ursache der mangelhaften Erhärtung sei, auch Kalziumsaccharatlösung zum Anmachen verwendet. Filtrat unmittelbar, zum anderen das auf einen geringeren Prozentsatz verdünnte Filtrat (z. B. mit CaO gesättigte 3proz. Zuckerlösung auf 1% Zuckergehalt) verwendet. In letzterem konnte angenommen werden, daß der Einfluß des frei in Lösung befindlichen, nicht an Zucker gebundenen Kalkes von geringerer Bedeutung sei.

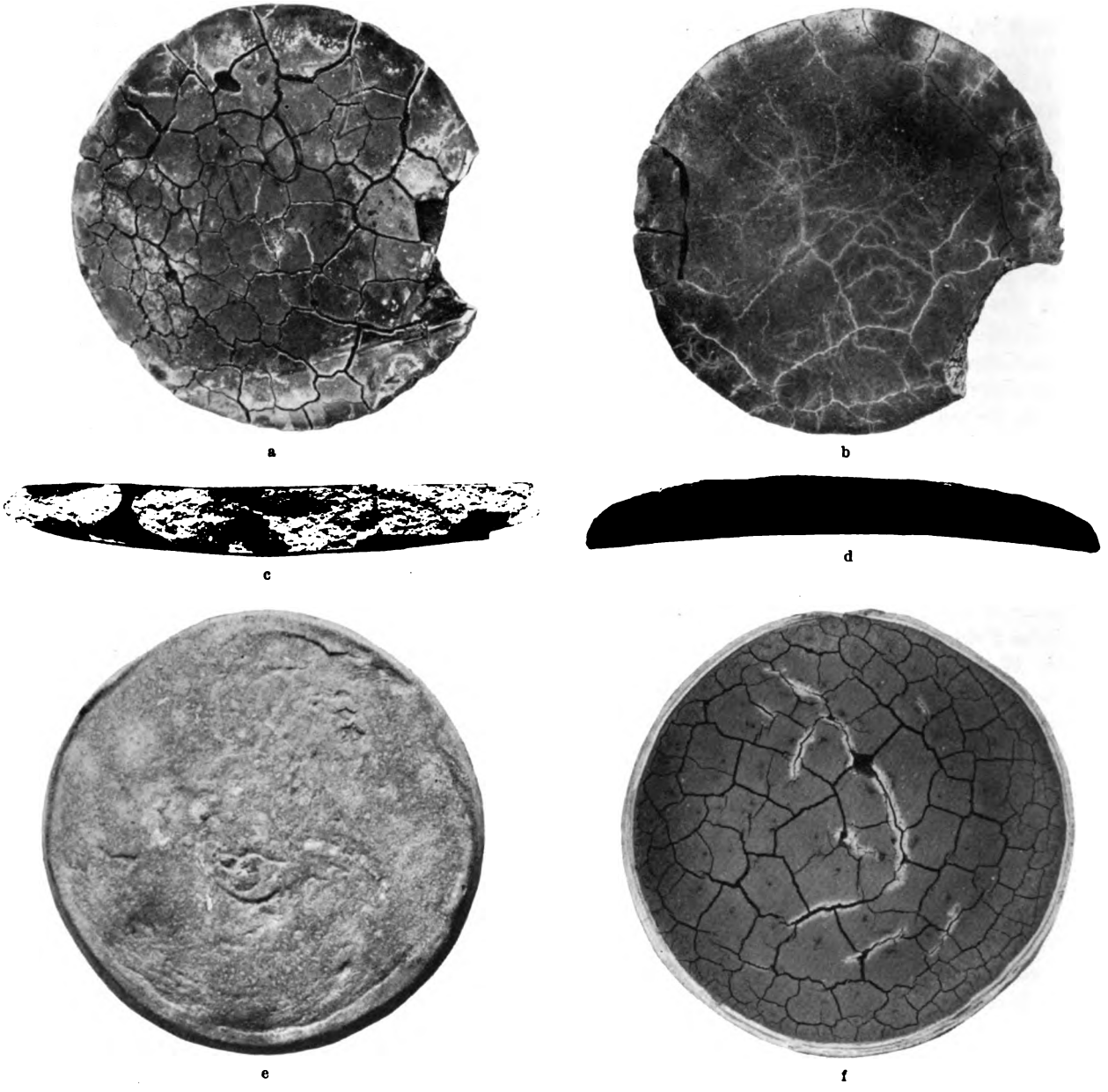


Abb. 1. Probekuchen mit 10proz. Zuckerlösung angemacht.

a) nach 14tägiger Wasserlagerung, Unterseite. b) dgl. Oberseite. c) dgl. Bruchfläche. d) nach 21tägiger Lagerung an feuchter Luft an Zimmerluft getrocknet, Bruchfläche. e) nach 14tägiger Lagerung in feuchter CO_2 an Zimmerluft getrocknet, Oberseite. f) dgl. Unterseite.

Da die Herstellung festen Kalziumsaccharates[1] infolge seiner Empfindlichkeit gegen Kohlensäure und seiner Unbeständigkeit bei Zimmertemperatur auf Schwierigkeiten stößt, wurde Zuckerlösung bekannter Konzentration mit einem Überschuß an chemisch reinem fein gepulvertem CaO (Kahlbaum) 8 St. lang geschüttelt und nach 24stündigem Stehen filtriert, so daß Sättigung der Lösung mit Kalk angenommen werden konnte. Als Anmacheflüssigkeit wurde einmal das

[1] Über die Erfahrungen bei den Versuchen zur Darstellung von Kalziumsaccharat soll später an anderer Stelle berichtet werden.

Da ein anderer Zement (B) verwendet werden mußte, wurden einige Versuche in derselben Weise wie unter A wiederholt. Der Zement wurde mit wäßrigen Lösungen, enthaltend 1% Zucker, 10% Zucker, 1% Kalziumsaccharat, 5% Kalziumsaccharat, sowie mit 1- und 10proz., mit CaO gesättigter Zuckerlösung angemacht. Die Lagerungsarten waren die gleichen wie bei Zement A. Hinzu kam Wasserlagerung. Bei kurzer Beobachtungszeit unterschied sich der mit 1- und 10proz. Zuckerlösung angemachte Zement B hinsichtlich seines Verhaltens nicht wesentlich von A. Wurden die Kuchen nach dem Anmachen 2 Wochen in feuchter Luft gelagert und erst

Digitized by Google

dann der natürlichen Austrocknung unterworfen, so erlangten sie eine bedeutend höhere Festigkeit, als wenn sie schon nach 24 St. an trockene Luft gebracht wurden. Mit 1proz. Zuckerlösung blieben die Kuchen eben und rißfrei, haftend und zeigten glänzende Unterseite. Mit 10proz. Zuckerlösung fand dagegen beim Trocknen starke Schwindung statt. Rißbildung trat in der Regel nicht ein. Die Kuchen wölbten sich kalottenförmig,

Abb. 2. Probekuchen mit 10proz. Zuckerlösung angemacht, 28 Tage in feuchter Luft gelagert. Am 28. Tage zerbrochen und in Zimmerluft gelagert, nach 3 Tagen photographiert. Infolge des starken Schwindens passen die Kuchenstücken in den Bruchflächen nicht mehr aneinander.

indem sich zuerst die Mitte von der Glasplatte löste (Abb. 1c). Eine dünne Oberschicht hebt sich hierbei blätterig ab (Einfluß der CO_2 der Luft) (vgl. Abb. 3). Bei Wasserlagerung wurden Kuchen mit 1proz. Zuckerlösung ebenso fest wie vor, mit 10proz. Zuckerlösung trat heftiges Treiben ein. Zunächst bildeten sich Kantenrisse, die sich bald nach der Mitte fortsetzten und an der Unterseite weit auseinanderklafften. Der Kuchen wölbte

Abb. 3. Probekuchen mit 10proz. Zuckerlösung angemacht, 28 Tage an feuchter Luft, 7 Tage an Zimmerluft gelagert. Der Kuchen ist von oben gesehen konvex gewölbt (vgl. Abb. 1d). Am Rande des Kuchens rechts und oben ist das Abblättern der Oberfläche zu erkennen.

sich im umgekehrten Sinne wie bei trockener Lagerung (Abb. 1a, b, d). Das Treiben ging mit großer Schnelligkeit vor sich. Z. B. wurden die Durchmesser von zwei treibenden Kuchen 2 Wochen nach dem Anmachen gemessen zu 8,8 bzw. 9,3 bis 9,5 cm, 3 Tage später zu 8,9 bis 9,0 bzw. 9,6 bis 9,8 cm. Die Kuchen haben nur noch ganz losen Zusammenhalt und zerfallen beim schwächsten Anstoß. Werden Kuchen nach zweiwöchiger Lagerung in feuchter CO_2 in Zimmerluft gebracht, so bekommen die anfangs rißfreien und festhaftenden Kuchen beim Trocknen an der Unterseite klaffende Risse und lösen sich von der Unterlage, die infolge der Einwirkung der Kohlensäure in größerer Dicke (etwa 1,5 bis 2 mm) erhärtete Oberschicht bleibt rißfrei und krümmt sich nicht wie bei den in Luft gelagerten Kuchen. Infolgedessen treten beim Schwinden die Risse ein (Abb. 1e, f).

Die mit dem wie oben beschrieben hergestellten Kalziumsaccharat bzw. CaO gesättigten Zuckerlösungen hergestellten Kuchen zeigten im allgemeinen dasselbe Verhalten wie mit Zuckerlösung, was darauf hindeutet, daß bei der Wirkung des Zuckerzusatzes die Lösung von Kalk nicht ausschlaggebend ist.

Auf die aus diesen Ergebnissen zu ziehenden Schlußfolgerungen soll nach Beschreibung der übrigen Untersuchungen im Zusammenhang eingegangen werden.

2. Mikroskopische Untersuchungen.

Dünnschliffe: Aus den Probekuchen der Versuchsreihe A wurden Dünnschliffe gefertigt. Infolge der Bröckeligkeit der meisten Kuchen mußten sie in Kanadabalsam eingekocht werden.

Schon die Betrachtung eines beliebigen in möglichst geringer Dicke hergestellten Dünnschliffes eines abgebundenen Zementes lehrt, daß erschöpfende Ergebnisse auf diesem Wege nicht zu erwarten sind. Die Schliffe sind im Vergleich zu den zu beobachtenden Objekten viel zu dick. Der Petrograph benutzt Schliffe, die dünner als die zu untersuchenden Kristallindividuen sind. Zementklinkermehl enthält aber schon etwa 40% Teilchen, deren Durchmesser geringer ist als der dünnste aus Zement hergestellte Schliff (20 μ)[1]. Es ist klar, daß bei der dichten Lagerung der Klinkerkörner im Zementbrei auch die Abbindeprodukte nur minimale Größen erreichen werden, da sie in ihrem Wachstum behindert sind. Im allgemeinen ist daher die Beobachtung von Dünnschliffen durch die Überlagerung der Teilchen sehr erschwert.

Im Dünnschliff eines normal abgebundenen Zementes sind im wesentlichen zweierlei kristalline Bestandteile erkennbar:

1. unzersetzte Klinkerteile von relativ bedeutender Größe,

2. beim Abbinden entstandene winzig kleine Kristallite.

Letztere sind zwischen gekreuzten Nikols deutlich über die ganze Masse verteilt zu erkennen (Abb. 4). Die unzersetzten Klinkerkörner sind von diesen Kristalliten umsäumt. Sie sind jedoch so klein, daß bisher eine genaue optische Bestimmung nicht möglich war. Außerdem werden vereinzelt, zumal in kleineren Blasenräumen größere Kristalle beobachtet.

In Dünnschliffen aus mit Zuckerlösung angemachten Zementkuchen ist das Bild ein wesentlich anderes. Die kräftig doppelbrechenden kleinen Kristallite fehlen vollständig. Größere oder andersartige Kristalle, auf die etwa das Treiben bzw. Schwinden zurückgeführt werden könnte, werden nicht beobachtet. Zwischen gekreuzten

[1] Vgl. H. W. Gonell: Ein Windsichtverfahren zur Bestimmung der Kornzusammensetzung staubförmiger Stoffe. V. D. I. Z. Bd. 72, S. 945/50. 1928; Zement Bd. 17, S. 1786ff, 1928. Diese Mitteilungen S. 112.

Digitized by Google

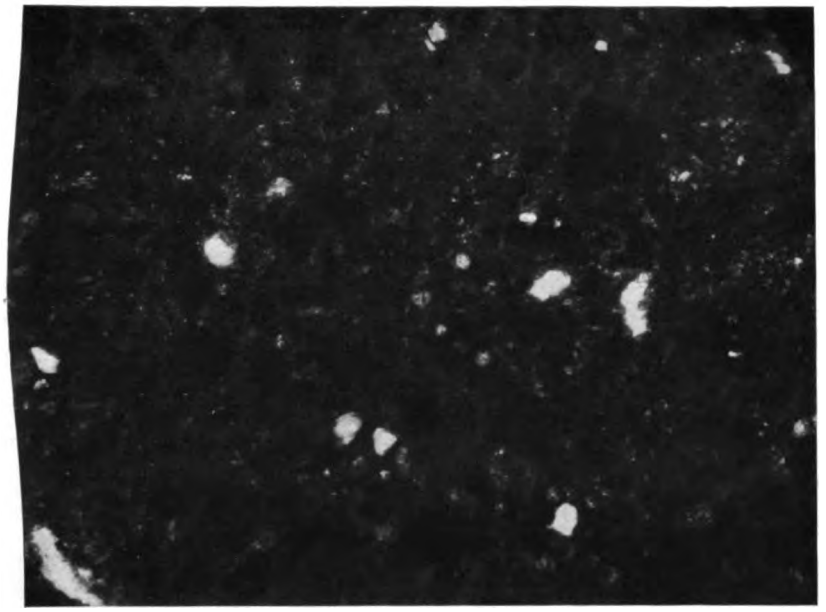


Abb. 4. Portlandzement mit Leitungswasser angemacht, Dünnschliff zwischen gekreuzten Nikols. Vergr. 130 mal.

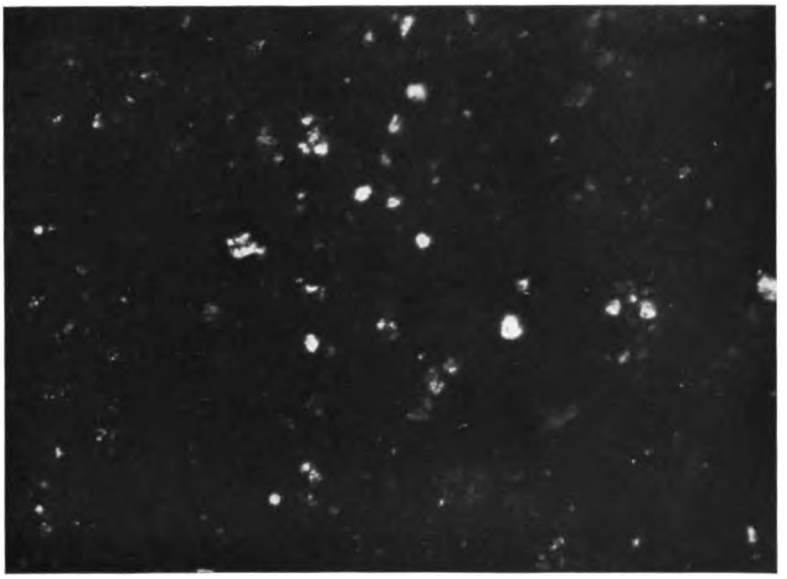


Abb. 5. Portlandzement mit 10 proz. Zuckerlösung angemacht, Dünnschliff zwischen gekreuzten Nikols. Vergr. 130 mal.

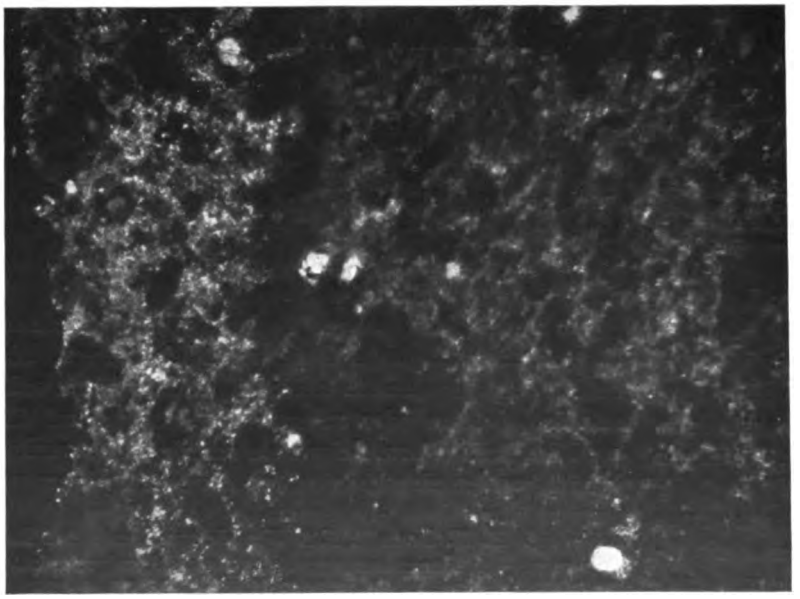


Abb. 6. Portlandzement mit Leitungswasser angemacht, während des Abbindens in feuchter CO_2 gelagert, Dünnschliff zwischen gekreuzten Nikols. Links die karbonisierte Randzone. V. 130 mal.

Nikols sind nur die zersetzten Klinkerbestandteile aufgehellt, während die Grundmasse dunkel bleibt, ein Zeichen, daß die normale Kristallbildung zum mindesten stark zurückgedrängt ist (Abb. 5). Die Klinkerkörner scheinen schärfer begrenzt als im normalen Falle, sind also weniger zersetzt. An in Kohlensäure gelagerten Kuchen (bisher wurde nur Reihe A untersucht) ist das Bild des nicht erhärteten Inneren das gleiche. Die erhärtete Außenschicht zeigt dagegen infolge eingetretener Kalziumkarbonatbildung kristallines Gefüge ebenso wie die äußere Schicht eines in CO_2 gelagerten normalen Kuchens (Abb. 6).

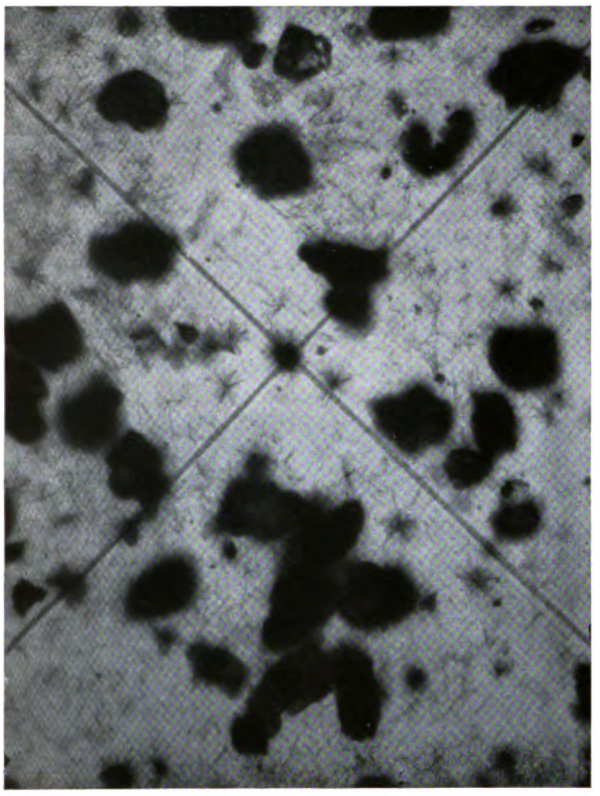
Anschliffe: Die Untersuchung von Anschliffen hat bisher zu keinen verwertbaren Ergebnissen geführt. Von den bröckeligen Kuchen sind Schliffe mit polierten Flächen nicht zu erhalten. Das mikroskopische Bild ist daher sehr undeutlich und die vorhandenen Vertiefungen treten besser hervor als etwaige Korngrenzen und Ätzfiguren.

Pulverpräparate: Mit Hilfe von Pulverpräparaten ist es Kaisermann und Blumenthal unter Heranziehung von Färbemethoden gelungen, den Abbindevorgang des Portlandzementes zu verfolgen und die entstehenden Neubildungen mit einiger Sicherheit zu erkennen[1]. Hiernach bilden sich zuerst dünne Nadeln von Kalziumhydrosilikat, dünne sechsseitige Plättchen von Kalziumhydroaluminat, hexagonale Tafeln und Säulen von Kalkhydrat. Später findet die Abscheidung von Kalksilikatgel statt.

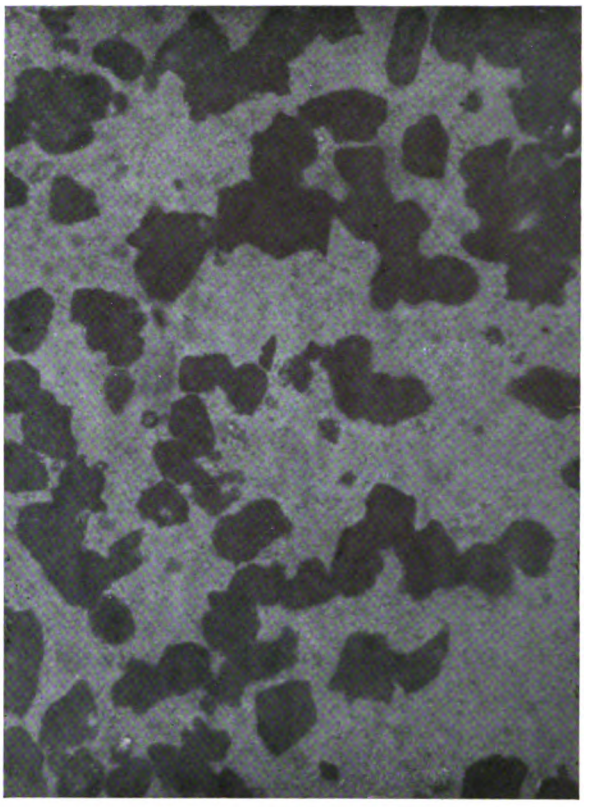
Da die feinsten Teilchen des Klinkermehles die Beobachtung erschweren, ist es zweckmäßig, sie auszuhalten. Andere Autoren haben deshalb für diese Versuche nur eine Siebfraktion (z. B. $\frac{900}{10000}$) verwendet. Hierbei hat man aber sehr große Körner, an denen die Reaktionen langsamer eintreten, und verhältnismäßig dicke Präparate, die die Anwendung starker Vergrößerungen erschweren. Ich benutzte daher für die Herstellung der Pulverpräparate durch Windsichtung[2] abgeschiedene Kornfraktionen der Zemente von 20 bis 30 μ bzw. 40 bis 50 μ Korndurchmesser. Die in mit Wasser angemachten Präparaten entstehenden Bildungen sind in den Abb. 7a bis d dargestellt. In Abb. 7a sind besonders gut die äußerst feinen sich miteinander verfilzenden Nadeln (Kalziumsilikat), in Abb. 7d sind

[1] Literatur S. 59, Anm. 1.
[2] H. W. Gonell a. a. O.

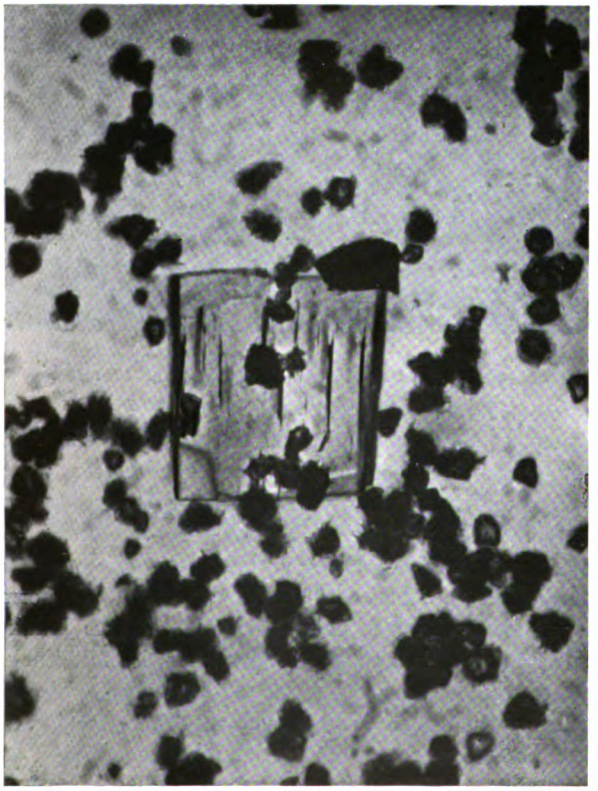
Digitized by Google



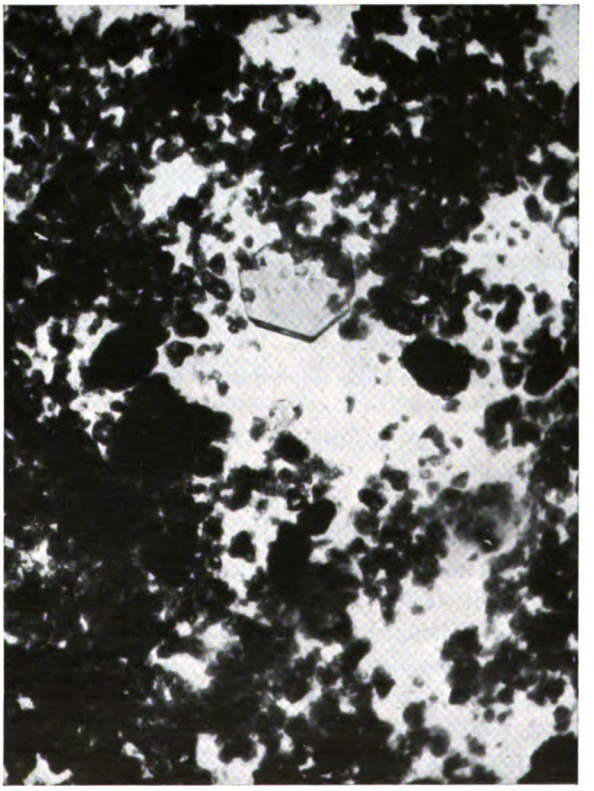
a



b



c



d

Abb. 7. Portlandzement mit Leitungswasser angemacht (Pulverpräparate). Vergr. 133 mal.

a) Reichliche Nadelbildung: Kalziumsilikat (Aufnahme nach 2 Tagen). b) Geltröpfchen in dem gleichen Präparat (Aufnahme nach 7 Tagen). c) Sechsseitige Kristallplättchen: Kalziumaluminat an den Klinkerkörnern und ein großer prismatischer Kalkhydratkristall. d) Kalkhydratkristalle in hexagonalen Tafeln. (Größe der Klinkerkörner in a und b 40 bis 50 μ, c 20 bis 30 μ, d ungeseibt.)

Digitized by Google

hexagonale Kalkhydrattafeln, in Abb. 7c ein prismatisch ausgebildeter $Ca(OH)_2$-Kristall und an den Klinkerkörnern zahlreiche dünne Plättchen von Kalkaluminat, in Abb. 7b die Gelbildung zu erkennen. Die Geltröpfchen befinden sich vielfach an den Kristallnadeln oder umschließen diese. Vereinzelt werden auch zusammenhängende größere Gelteilchen gefunden und in diesen nach mehrmonatiger Beobachtung Doppelbrechung festgestellt, was auf eine nachträgliche Kristallisation hindeutet. Diese Beobachtung ist eine Bestätigung der Annahme, daß die Monate und Jahre hindurch anhaltende Nacherhärtung des Portlandzementes auf ein Kristallinwerden des Gels zurückzuführen sei.

Beim Anmachen mit Zuckerlösung ist der Vorgang ein gänzlich anderer. In 1proz. Zuckerlösung werden

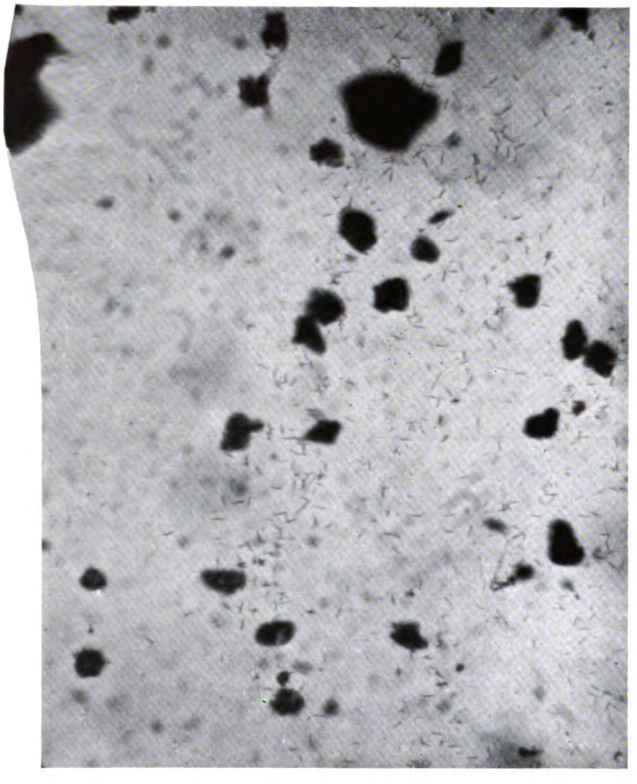


Abb. 8. Portlandzement mit 5proz. Zuckerlösung angemacht (Pulverpräparat. Aufnahme nach 2 Tagen). Vergr. 133 mal.

nach 2 St. stäbchenförmige Gebilde frei in der Lösung liegend sichtbar (Abb. 8), die von viel schwächerer Doppelbrechung und anderem Habitus sind als die beim normalen Abbinden auftretenden Kristallnadeln und somit nicht mit diesen identisch sind. Kalkhydratkristalle fehlen vollständig. Nach einigen Tagen erscheinen Geltröpfchen. Bei 3- und 5proz. Zuckerlösung treten dieselben Erscheinungen ein. In 5proz. Zuckerlösung wurde nach 1 Monat beobachtet, daß die Klinkerkörner sämtlich von einer Gelschicht umgeben waren. In 1proz. Zuckerlösung war nach 3 Monaten das ganze Gesichtsfeld von Geltröpfchen erfüllt, ohne daß kristalline Neubildungen dazwischen bemerkt wurden. In 10proz. Zuckerlösung trat schon nach 4 Tagen eine derartige Gelbildung ein (Abb. 9), ohne daß vorher anisotrope Neubildungen erschienen.

Auf weitere Einzelheiten soll nach Abschluß der Versuche eingegangen werden. Die für Pulverpräparate als charakteristisch beschriebenen Neubildungen treten nur auf, wenn das Präparat eine gewisse Mindestkonzentration an Klinkermehl aufweist. In zu stark verdünnten Präparaten treten die Erscheinungen gar nicht oder nach viel längeren Zeiträumen auf. Bei der normalen Verarbeitung als Brei dagegen wird der Hergang der Veränderungen von entsprechend größerer Geschwindigkeit und Intensität sein.

Besprechung der Versuchsergebnisse.

Aus der Untersuchung der Pulverpräparate geht folgendes hervor: Beim Anmachen mit Zuckerlösungen sind die bei niedrigen Konzentrationen anfangs auftretenden scheinbar kristallinen Bildungen von anderer Art und

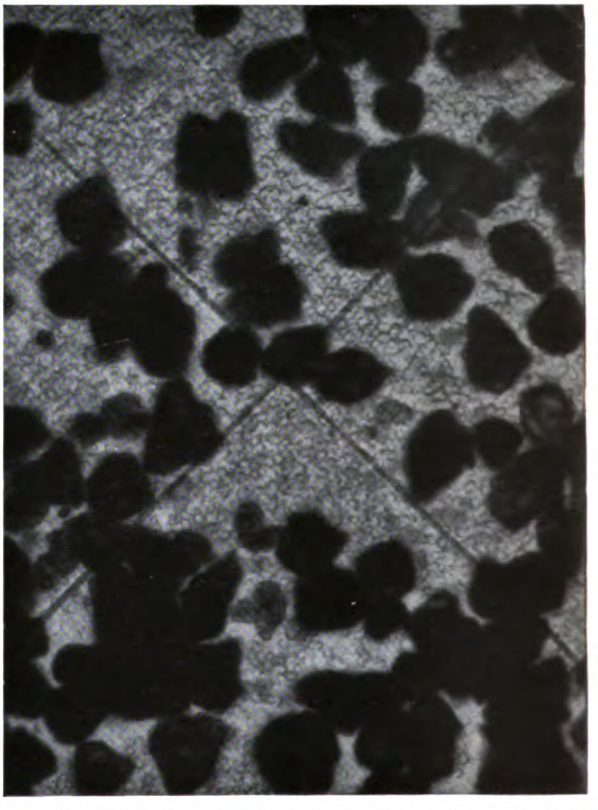


Abb. 9. Portlandzement mit 10proz. Zuckerlösung angemacht (Pulverpräparat. Aufnahme nach 4 Tagen). Vergr. 133 mal.

geringerer Menge als beim Anmachen mit Wasser. Die Gelbildung ist dagegen bedeutend lebhafter als in Wasser und tritt früher und bei hohen Konzentrationen ausschließlich ein. Dieses Ergebnis ist in Übereinstimmung mit dem Verlauf der vorher beschriebenen Untersuchungen. In den Dünnschliffen werden im normal angemachten Zement kleine Kristalle, die die Klinkerteile umgeben, in großer Zahl gefunden, im mit Zuckerlösung, gleich welcher Konzentration, angemachten dagegen nicht. Endlich sind auch die Erscheinungen an den Probekuchen durch die mikroskopischen Beobachtungen erklärt. Im extremen Fall der 10proz. Zuckerlösung tritt bei Wasserlagerung Treiben, beim Trocknen anfangs an feuchter Luft gelagerter Kuchen Schwindung ein. Die durch die mikroskopische Untersuchung festgestellte überwiegende Gelbildung erklärt beides. In Wasser quillt das Gel und sprengt den Zusammenhang der Zementmasse, während es beim Aus-

Digitized by Google

trocknen zusammenschrumpft, wobei es als amorphe Kittmasse dem Kuchen eine gewisse Festigkeit verleiht. Die durch Tafel 1 wie auch von anderer Seite belegte Tatsache, daß mit Zuckerlösungen niedriger Konzentration angemachte Probekörper nach längerer Zeit (1 Jahr) die Festigkeit des normalen Mörtels erreichen, dürfte auf allmählich eintretende Kristallisationsvorgänge im Gel zurückzuführen sein. Bei den in CO_2 gelagerten Kuchen wurde starkes Schwitzen während des Abbindens beobachtet. Dieses beruht offenbar darauf, daß das anfangs gebildete Gel in der oberen Schicht des Kuchens durch Kohlensäure unter Kalziumkarbonatbildung zersetzt und somit das im Gel enthaltene Wasser frei wird.

Infolge der 24stündigen Lagerung an feuchter Luft, die nach dem Anmachen in jedem Falle erfolgte, ist an der Oberseite der Kuchen eine Schicht, die durch die Einwirkung der Kohlensäure der Luft festgeworden ist und den Bewegungen der übrigen schwindenden bzw. treibenden Masse des Kuchens nicht folgen kann. Hierdurch wird die verschiedenartige Wölbung der Kuchen beim Schwinden und Treiben erklärt, wobei die Dicke der erhärteten Schicht von Einfluß ist. Beim Schwinden von anfangs in feuchter Luft gelagerten Kuchen findet unter Krümmung der Kuchen Abblättern der Oberfläche statt (Abb. 3), bei in feuchter CO_2 gelagerten Kuchen bleibt dagegen die Oberfläche unversehrt, der Kuchen krümmt sich nicht, sondern bekommt große Risse auf der Unterseite, da offenbar die Schwindspannungen nicht zum Zerreißen der festen Oberschicht ausreichen.

Von das Abbinden beschleunigenden Stoffen wurde bisher nur das Natriumkarbonat untersucht. Wie auch von Biehl in seiner oben erwähnten Arbeit festgestellt[1], findet in Pulverpräparaten mit Na_2CO_3-Lösung (5%) sofort lebhafte Kristallisation statt, wobei sich Kalziumkarbonatkristalle in großer Zahl bilden. Nach der normalen Zeit (für Pulverpräparate 5 Tage) setzte Gelbildung ein.

Die Untersuchungen werden fortgesetzt. Die vorläufigen Ergebnisse können folgendermaßen zusammengefaßt werden:

[1] Biehl a. a. O.: Es sei bemerkt, daß die Versuche ohne Kenntnis der Arbeit Biehls angestellt und vor deren Veröffentlichung begonnen wurden.

Das Abbinden von Portlandzement ist bedingt durch die Abscheidung kristalliner und gelförmiger Neubildungen, von denen die kristallinen zuerst auftreten. Art, Reihenfolge und Mengenverhältnis dieser Bildungen müssen in bestimmter Weise aufeinander abgestimmt sein, wenn der Abbindevorgang normal verlaufen soll.

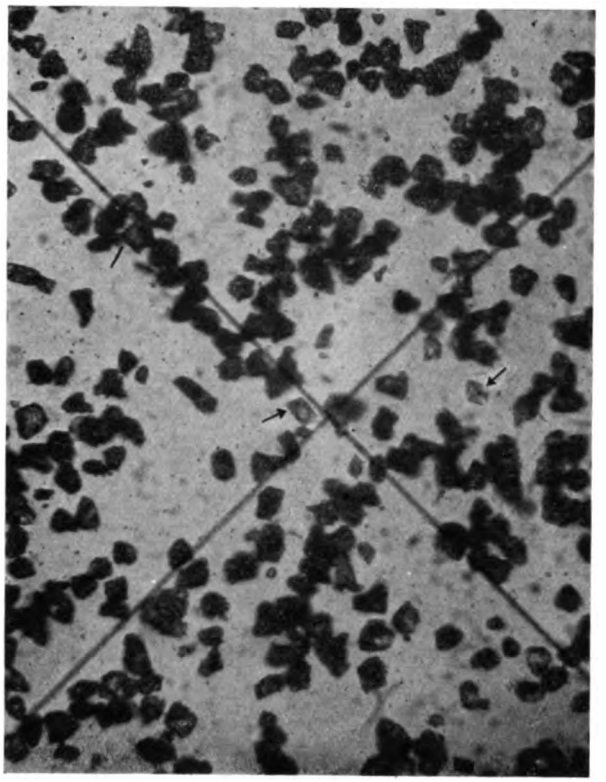


Abb. 10. Portlandzement mit 5 proz. Natriumkarbonatlösung (Pulverpräparat). Zahlreiche Kalziumkarbonatkristalle, von denen einige durch Pfeile gekennzeichnet sind. Vergr. 133 mal.

Zusatz von Zucker zum Anmachewasser bedingt Ausbleiben der normalerweise entstehenden Kristallbildung und Überwiegen der Gelbildung, wodurch die auftretenden Treib- und Schwinderscheinungen, sowie das Nacherhärten geringe Mengen Zucker enthaltender Probekörper nach längerer Zeit erklärt werden.

Zusatz von Natriumkarbonat, das das Abbinden beschleunigt, zum Anmachewasser, bewirkt im Gegensatz zu Zuckerzusatz vermehrte Kristallbildung.

Versuche über den Einfluß von Kalischachtlauge auf das Abbinden und Erhärten von Zement.

Von **H. Burchartz**[1].

A. Anlaß zu den Versuchen.

Anlaß zu den Versuchen gab die Zerstörung eines beim Abteufen eines Schachtes hergestellten Betonklotzes beim Verpressen.

Der Sachverhalt war folgender:

Zur Versteinung eines beim Abteufen eines Kalischachtes erschrotenen Laugenzuflusses sollte Zement in die laugenführenden Gebirgsklüfte eingepreßt werden. Zu diesem Zweck wurde als Widerlager gegen den beim Pressen entstehenden Druck auf die Schachtsohle ein Betonklotz von 5 m Höhe und 5,4 m Durchmesser eingebracht, durch den in der Mitte ein Laugendurchflußrohr und an der Peripherie 10 Rohre für das Zementieren hindurchgeführt wurden. Zur Verwendung kam zunächst Portlandzement und später im oberen Teil des Klotzes Tonerdezement und als Zuschlagstoff Oderkies (Mischungsverhältnis angeblich 1:2 bis 1:3).

Der Beton wurde über Tage gemischt, mit dem Förderkübel eingehängt und auf der Schachtsohle von Hand gestampft. Während des Betonierens wurde die

[1] Original: Zement 16, Nr. 5, S. 77/83. 1927.

Digitized by Google

Lauge in einem Holzkasten innerhalb eines Splittbettes unterhalb des Betonklotzes gesammelt und durch das Durchtrittsrohr von einer Pumpe angesaugt. Bei Störungen der Pumpe kam es jedoch vor, daß die Lauge durch das Rohr überlief und so mit dem frischen Beton in Berührung kam. Die Lauge hatte nach Angabe folgende Zusammensetzung:

$CaSO_4$	4,61 g	in 1 Liter.
$MgSO_4$	1,35 „	
$MgCl_2$	7,79 „	
KCl	3,20 „	
NaCl.	291,68 „	
H_2O	893,37 „	

Nachdem das Betonieren beendet war, wurde der Beton mit Dachpappe und Ziegelsteinen abgedeckt und das Sümpfen der Lauge eingestellt; die Lauge stieg infolgedessen im Schacht bis zu 130 m oberhalb des Betonklotzes und lastete mit einem Druck von rd. 20 at auf dem frischen Beton. Nach 4 Wochen wurde dann der Schacht wieder gesümpft und die Schachtsohle in der sechsten Woche wieder erreicht. Nunmehr wurden das Durchtrittsrohr und die Zementierrohre geschlossen und Zement mit einem Druck von ebenfalls 20 at durch eines der Zementierrohre an der Peripherie hindurchgepreßt. Gleich zu Beginn des Verpressens hob sich der ganze Klotz in der Mitte um 30 cm und barst mit zahlreichen Rissen. Der Klotz wurde bis auf 4 m Tiefe mit Preßlufthämmern weggespitzt und dabei festgestellt, daß der Beton noch nicht erhärtet war.

Der Verdacht lag nahe, daß die Lauge beim Betonieren mit dem frischen Beton in Berührung gekommen war und dessen Abbinden verhindert oder doch verzögert hatte. Dieser Verdacht wurde bestätigt durch die Untersuchung eines gelegentlich einer Besichtigung der Schachtanlage entnommenen, nicht erhärteten Betonstückes, die folgendes Ergebnis lieferte:

Glühverlust	20,4%
davon Kohlensäure 5,6	
Wasser (Rest) 14,8	
Sand und Steine	18,9%
Lösliche Kieselsäure	11,3%
Tonerde	7,9%
Eisenoxyd	2,1%
Kalk.	32,3%
Magnesia	0,9%
Alkalien (als Na_2O berechnet) .	2,2%
Schwefelsäure (SO_3)	0,7%
Chlor	3,9%.

Aus diesem Analysenbefunde geht hervor, daß der Beton mit Salzlösung getränkt war.

Um genaueren Aufschluß über die Ursachen der Zerstörung des Betonklotzes bzw. des mangelhaften Abbindens und Erhärtens des Betons zu gewinnen, sind auf Veranlassung der Schachtverwaltung nachstehende Versuche über das Verhalten von Zement und Zementbeton gegenüber der Einwirkung der Kalilauge (als Anmache- und Lagerflüssigkeit) ausgeführt worden. Zu diesen Untersuchungen sollte außer Portlandzement und Tonerdezement, wie er zur Herstellung des Betonklotzes benutzt worden war, auch Erzzement verwendet werden.

B. Probematerial.

Das Probematerial bestand aus

1. Portlandzement,
2. Erzzement,
3. Tonerdezement,
4. Oderkies,
5. Kalilauge.

C. Umfang der Versuche.

1. Prüfung der Zemente nach den Normen einschließlich Analyse,

2. Ermittlung der Abbindeverhältnisse der Zemente, angemacht mit

a) Wasser,

b) Lauge,

3. Ermittlung der Druckfestigkeit des Betons aus 1 Gtl. Zement + 3 Gtl. Kiessand, erdfeucht und weich angemacht mit

a) Wasser,

b) Lauge

nach 28 Tagen und 3 Monaten Erhärtung unter

α) Wasser,

β) Lauge

nach vorheriger dreitägiger Lagerung an der Luft,

4. Ermittlung der Druckfestigkeit des Betons aus 1 Gtl. Zement + 3 Gtl. Kies, erfeucht und weich angemacht mit

a) Wasser } Nach 28 Tagen und 3 Monaten Erhärtung in Lauge,
b) Lauge }

jedoch an Körpern, die sofort nach Fertigstellung unter Lauge gebracht wurden.

D. Herstellung der Mischungen und Probekörper für die Festigkeitsversuche.

Zement und Kiessand wurden in dem vorgeschriebenen Mischungsverhältnis zunächst von Hand trocken und nach Zusatz der Anmacheflüssigkeit (Wasser oder Lauge) im Mörtelmischer Steinbrück-Schmelzer unter Anwendung von 20 Schalenumdrehungen naß gemischt[1]. Der Zusatz an Anmacheflüssigkeit wurde so bemessen, daß der Beton erdfeuchte oder weiche Beschaffenheit erlangte. Die Höhe dieses Zusatzes ist aus Tafel 5 und 6 ersichtlich.

Der erdfeuchte Beton wurde in die Formen auf dem Hammerapparat Bauart Böhme unter Anwendung von 150 Schlägen eingeschlagen, der weich angemachte in die Formen eingefüllt.

Für die Versuche unter C 3 wurden die Probekörper nach 3 Tagen Luftlagerung und für die Versuche C 4 sofort nach Fertigstellung unter Wasser bzw. Lauge gebracht. Die Lagerflüssigkeit wurde alle 14 Tage erneuert.

Die Schachtlauge hatte nach der im Amt ausgeführten Analyse folgende Zusammensetzung:

---

[1] Als Einheitsgewichte für die nach Raumteilen zu mischenden Stoffe wurden deren Litergewichte eingefüllt benutzt, und zwar wurde verarbeitet an Stelle eines Liters für

Portlandzement	1,130 kg
Erzzement	1,270 „
Tonerdezement	1,120 „
Kiessand	1,570 „

Digitized by Google

Kalk = CaO —	2,033 g	in I Liter.
Magnesia = MgO — . . .	3,206 „	
Schwefelsäure = SO_3 —. .	3,778 „	
Chlor = Cl —	176,000 „	

Hiernach stellt die Schachtlauge eine fast gesättigte Lösung von Alkalichloriden dar, die außerdem noch erhebliche Mengen Magnesiumsulfat (5,7 g im Liter), Magnesiumchlorid (3,1 g im Liter) und Calciumchlorid (3,9 g im Liter) enthält.

E. Versuchsergebnisse.

Die Versuchsergebnisse sind in den Tafeln 1 bis 6 verzeichnet, und zwar enthält

Tafel 1 die Analyse der verwendeten Zemente,

Tafel 2 die Ergebnisse der Bestimmung der allgemeinen Eigenschaften der Zemente,

Tafel 3 die Ergebnisse der Prüfung der Zemente auf Normenfestigkeit,

Tafel 4 die Ergebnisse der Ermittlung der Abbindeverhältnisse der mit Wasser bzw. Lauge angemachten Zemente,

Tafel 5 die Ergebnisse der Prüfung der nach 3 Tagen Luftlagerung in Wasser oder Lauge gebrachten Betonproben auf Druckfestigkeit,

Tafel 6 die Ergebnisse der Prüfung der sofort nach Fertigstellung in Lauge gebrachten Körper auf Druckfestigkeit.

Nach etwa 20 Stunden Lagerung in Wasser und Lauge zeigten die mit Lauge erdfeucht angemachten Probekörper aus Tonerdezement Längs- und Querrisse, die sich allmählich erweiterten. Die Betonmasse der in Wasser gelagerten Proben blieb an sich fest und war mit dem Fingernagel nicht ritzbar, während die in Lauge gelagerten Körper nach 4 Tagen unter Schaumbildung[1] zerfallen waren. Die weich mit Lauge angemachten Probekörper blieben, soweit sie unter Wasser erhärteten, erhalten, während die unter Lauge gebrachten nach 3 Tagen Längs- und Querrisse zeigten, die sich allmählich erweiterten und nach 5 Tagen unter Schaumbildung zerfallen waren. Dies auffällige und unerwartete Verhalten der aus Tonerdezement hergestellten Probekörper gab Veranlassung, neue Körper aus diesem Zement unter den gleichen Bedingungen zu fertigen und zu lagern. Das Ergebnis war jedoch das gleiche wie bei der ersten Versuchsreihe.

Nur die mit Lauge weich angemachten Körper aus Tonerdezement, die nach 3 Tagen Luftlagerung unter Wasser gesetzt wurden, blieben wider alles Erwarten vollständig erhalten.

Die mit Lauge weich angemachten, aber sofort unter Lauge gebrachten Körper zerfielen dagegen ebenfalls wie die erdfeucht angemachten.

F. Schlußfolgerung.

Nach dem Ergebnis der Normenprüfung des Portlandzementes hat dieser die Eigenschaften eines normalen Portlandzementes. Er ist jedoch schnellbindend. — Der Erzzement hat die chemische Zusammensetzung von Handelserzzement und ist im übrigen normengemäß. Er ist sehr langsambindend, jedoch sehr fein gemahlen. Er besitzt die gleiche Bindekraft wie der Portlandzement. Der Tonerdezement hat die Zusammensetzung handelsüblicher Zemente gleicher Art; er ist mittelbindend und ziemlich fein gemahlen. Er ist von außerordentlich hoher Bindekraft, insbesondere weist er sehr hohe Druckfestigkeit auf.

Nach dem Ergebnis der Prüfung auf Abbindezeit der mit Lauge angemachten Zemente verzögert das An-

Tafel 1. Analyse der Zemente.

Art des Zementes	Gehalt in % an								
	Glühverlust	Unlöslicher Rückstand	Kieselsäure	Tonerde	Eisenoxyd	Kalk	Magnesia	Schwefelsäure	Alkalien (Rest)
Portlandzement	2,52	0,81	22,75	6,05	2,25	63,08	1,06	1,14	0,34
Erzzement	1,87	0,24	24,02	3,01	4,97	62,80	0,91	2,02	0,16
Toerdezement	0,25	7,51[1]	6,13	40,37	5,23	39,08	0,77	0,14	0,52

Tafel 2. Allgemeine Eigenschaften der Zemente.

Art des Zementes	Raumgewicht		Spezifisches Gewicht lufttrocken	Abbindeverhältnisse		Raumbeständigkeit			Mahlfeinheit	
	eingelaufen Rl kg/l	eingerüttelt Rr kg/l		Erhärtungsanfang nach	Abbindezeit von	Darrprobe	Kochprobe	Normenprobe	Rückstand in % auf den Sieben mit Maschen 900	4900
Portlandzement	1,090	1,910	3,070	40 Minuten	1 Stunde	Bestanden			0,2	9,0
Erzzement	1,190	2,020	3,180	7 Stunden	12 Stunden	Bestanden			0,1	6,2
Tonerdezement	1,090	1,910	2,990	$3^3/_4$ Stunden	$4^1/_2$ Stunden	Bestanden			0,6	6,9

Tafel 3. Normenfestigkeit der Zemente.

Art des Zementes	Mittlere Zugfestigkeit	Mittlere Druckfestigkeit	Mittlere Druckfestigkeit in kg/cm² nach 28 Tagen	
	nach 7 Tagen Wasserlagerung		Wasserlagerung	kombinierter Lagerung
Portlandzement	23,4	184	289	350
Erzzement	21,4	187	336	350
Tonerdezement	35,7	631	700	815

[1] Der „Unlösliche Rückstand" enthält: 4,01% Kieselsäure, 1,95% Tonerde, 0,29% Eisenoxyd, 1,26% Kalk und Spuren Magnesia.

[1] Der Schaum bestand, wie die Analyse ergab, im wesentlichen aus Tonerde.

Digitized by Google

Tafel 4. Ergebnisse der Prüfung auf Abbindeverhältnisse.

Art des Zementes	Anmacheflüssigkeit: Art	Anmacheflüssigkeit: Zusatz %	Wärmeerhöhung °	Erhärtungsanfang nach	Abbindezeit von	Durchschnittliche: Wärme der Luft °	Durchschnittliche: Wärme der Anmacheflüssigkeit °	Durchschnittliche: Luftfeuchtigkeit %
Portlandzement	Wasser	25,0	8,4	40 Minuten	1 Stunde	18,0	17,0	59
	Lauge		3,2	40 Minuten	17 Stunden	18,0	17,0	62
Erzzement	Wasser	24,0	0,6	7 Stunden	12 Stunden	17,8	17,0	57
	Lauge		1,2	11 Stunden	28 Stunden	18,0	17,0	65
Tonerdezement	Wasser	25,0	8,2	$3^3/_4$ Stunden	$4^1/_2$ Stunden	18,0	17,0	57
	Lauge		2,3	4 Stunden	21 Stunden	18,0	17,0	65

Tafel 5. Ergebnisse der Druckfestigkeitsversuche. Mischungsverhältnis: 1 Gwtl. Zement + 3 Gwtl. Kiessand.

Art der Anmacheflüssigkeit			Wasser				Lauge			
Art des Anmachens (Höhe des Zusatzes)			Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)		Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)	
Art der Lagerung		Versuch Nr.	Druckfestigkeit in kg/cm² nach 28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	2 Monaten
Portlandzement										
Drei Tage in feuchter Luft, die übrige Zeit unter	Wasser	1	140	180	65	101	137	167	127	212
		2	157	189	66	104	140	170	131	215
		3	153	183	64	95	137	170	131	218
		Mittel	**150**	**184**	**65**	**100**	**138**	**169**	**130**	**215**
	Lauge	1	147	167	48	72	150	163	98	157
		2	147	173	49	72	140	167	91	163
		3	147	167	49	72	147	167	95	160
		Mittel	**147**	**169**	**49**	**72**	**146**	**166**	**95**	**160**
Erzzement										
Drei Tage in feuchter Luft, die übrige Zeit unter	Wasser	1	330	404	183	286	264	320	193	330
		2	307	410	180	280	273	310	186	307
		3	334	404	180	273	260	310	189	313
		Mittel	**324**	**406**	**181**	**280**	**266**	**313**	**189**	**317**
	Lauge	1	286	347	160	238	212	273	163	260
		2	283	344	167	228	225	273	160	251
		3	283	347	160	235	222	273	160	241
		Mittel	**284**	**346**	**162**	**234**	**220**	**273**	**161**	**251**
Tonerdezement										
Drei Tage in feuchter Luft, die übrige Zeit unter	Wasser	1	599	613	397	443	Nach 20 Stunden zeigten die Proben Längs- und Querrisse, die sich erweiterten.	Die Proben behielten ihren Zusammenhang, der Mörtel war fest, mit dem Fingernagel nicht ritzbar.	254	347
		2	576	613	401	456			260	337
		3	620	623	410	447			257	350
		Mittel	**598**	**616**	**403**	**449**			**257**	**345**
	Lauge	1	566	593	397	483		Nach 4 Tagen waren die Proben unter Schaumbildung zerfallen.	Nach 3 Tagen zeigten die Proben Längs- und Querrisse, die sich erweiterten. Nach 5 Tagen waren die Proben unter Schaumbildung zerfallen.	
		2	576	599	401	470				
		3	559	586	407	479				
		Mittel	**567**	**593**	**402**	**477**				

machen mit Lauge das Abbinden außerordentlich. Die Abbindezeit verlängert sich für den Portlandzement von 1 auf 17 St., für den Erzzement von 12 auf 28 St. und für den Tonerdezement von $4^1/_2$ auf 21 St.

Von geringerem Einfluß ist das Anmachen mit Lauge auf den Beginn des Abbindens, der bei dem Portlandzement und Tonerdezement sich kaum verändert; bei dem Erzzement wird auch das anfängliche Abbinden verlangsamt (von 7 auf 11 Stunden).

Aus den Ergebnissen der Festigkeitsversuche, die zwecks besserer Übersicht in den Tafeln 7 und 8 als Mittelwerte verzeichnet sind, läßt sich folgendes schließen:

a) Einfluß der Art der Anmacheflüssigkeit und der Höhe des Zusatzes an solcher.

Die mit Lauge erdfeucht angemachten Probekörper aus Portlandzement und Erzzement haben durchweg geringere Festigkeiten ergeben als die mit Wasser in gleicher Weise angemachten, gleichgültig, ob sie unter Wasser oder Lauge lagerten. Die mit Lauge weich angemachten Proben lieferten dagegen höhere Festigkeiten als die gleichen mit Wasser angemachten. Die aus Tonerdezement unter Zusatz von Lauge hergestellten Proben weisen in beiden Fällen (erdfeucht und weich) ein durchaus schlechteres Verhalten auf als die aus Portlandzement und Erzzement erzeugten. Die mit Lauge erd-

Digitized by Google

Tafel 6. Ergebnisse der Druckfestigkeitsversuche. Mischungsverhältnis: 1 Gwtl. Zement + 3 Gwtl. Kiessand.

Art der Anmacheflüssigkeit		Wasser				Lauge			
Art des Anmachens (Höhe des Zusatzes)		Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)		Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)	
Art der Lagerung	Versuch Nr.	Druckfestigkeit in kg/cm² nach							
		28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten
		Portlandzement							
	1	170	206	52	68	127	160	85	137
	2	163	212	49	66	127	157	86	127
Die Probekörper wurden sofort nach Fertigstellung unter Lauge gebracht und nach 20 Stunden entfernt, mit Ausnahme der Körper aus Erzzement, mit Lauge angemacht, die, weil noch sehr weich, erst nach 40 Stunden entfernt wurden.	3	170	212	50	67	118	160	93	131
	Mittel	**168**	**210**	**50**	**67**	**124**	**159**	**88**	**132**
		Erzzement							
	1	267	374	104	153	241	310	107	186
	2	270	367	95	170	238	317	127	189
	3	277	371	102	163	231	334	131	180
	Mittel	**271**	**371**	**100**	**162**	**237**	**320**	**122**	**185**
		Tonerdezement							
	1	437	536	450	460	Die Proben zeigten nach etwa 4tägiger Lagerung tiefe Längs- und Querrisse.			
	2	493	543	447	473	Die Proben waren weich.		Die Proben waren hart.	
	3	—	533	424	456	Die Risse erweiterten sich täglich und führten schließlich nach weiterer 3tägiger Lagerung zum Zerfall der Proben.			
	Mittel	**465**	**537**	**440**	**463**	Aus den Proben quoll weißer Schaum.		Die Proben waren ebenfalls weich geworden.	

Tafel 7. Mittelwerte der Druckfestigkeitsversuche nach Tafel 5. Die in Klammern ( ) stehenden Zahlen bedeuten die Festigkeitszunahme in % der 28-Tage-Festigkeit.

Art der Anmacheflüssigkeit		Wasser				Lauge			
Art des Anmachens (Höhe des Zusatzes)		Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)		Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)	
Art des Zementes	Art der Lagerung	Mittlere Druckfestigkeit in kg/cm² nach							
		28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten
Portlandzement	Unter Wasser	150	184 (23)	65	100 (54)	138	169 (22)	130	215 (65)
	Unter Lauge	147	169 (15)	49	72 (47)	146	166 (14)	95	160 (68)
Erzzement	Unter Wasser	324	406 (25)	181	280 (55)	266	313 (18)	189	317 (68)
	Unter Lauge	284	346 (22)	162	234 (44)	220	273 (24)	161	251 (56)
Tonerdezement	Unter Wasser	598	616 (3)	403	449 (11)	Proben rissig, jedoch noch zusammenhängend		257	345 (34)
	Unter Lauge	567	593 (5)	402	477 (19)	Proben zerfallen		Proben zerfallen	

Tafel 8. Mittelwerte der Druckfestigkeitsversuche nach Tafel 6. Art der Lagerung: Sofort nach Fertigstellung unter Lauge.

Art der Anmacheflüssigkeit	Wasser				Lauge			
Art des Anmachens (Höhe des Zusatzes)	Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)		Erdfeucht (7,5%)		Weich (12,5%)	
Art des Zementes	Mittlere Druckfestigkeit in kg/cm² nach							
	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten	28 Tagen	3 Monaten
Portlandzement	168	210	50	67	124	159	88	132
Erzzement	271	371	100	162	237	320	122	185
Tonerdezement	465	537	440	463	Proben zerfallen			

feucht gestampften Proben aus diesem Zement wurden, wie bereits oben erwähnt, in Wasser sowohl wie in Lauge zerstört. Von den mit Lauge weich angemachten blieben die unter Wasser gelagerten zwar erhalten, erlangten jedoch geringere Festigkeiten als die mit Wasser weich angemachten. Die gleichen in Lauge gelagerten Proben zerfielen ebenso wie die erdfeucht angemachten vollständig.

Auffallend günstig ist das Verhalten der mit Lauge angemachten Proben aus Portlandzement und Erzzement gegenüber den gleichen mit Wasser angemachten, namentlich was die weich angemachten Körper betrifft, die wider Erwarten durchschnittlich höhere Festigkeiten aufweisen als die gleichen mit Wasser angemachten. Dieser günstige Verlauf der Erhärtung äußert sich namentlich

Digitized by Google

nach 3 Monaten Lagerung der Proben, was damit zu erklären ist, daß die weich angemachten Proben mit fortschreitendem Alter erheblich stärker an Festigkeit zunehmen als die erdfeucht angemachten. Diese Festigkeitssteigerung der weich angemachten Proben schwankt für Portlandzement und Erzzement zwischen 56 und 68% gegenüber nur 14 bis 24% bei den erdfeucht angemachten. Bei dem Tonerdezement beträgt diese Zunahme 34%.

Die Festigkeitszunahme der mit Wasser angemachten Proben ist geringer; denn sie schwankt für Portlandzement und Erzzement, erdfeucht angemacht, zwischen nur 15 und 25% und, weich angemacht, zwischen 44 und 55%. Der Festigkeitszuwachs der Proben aus Tonerdezement (mit Wasser angemacht) ist, der Eigenart solcher Zemente entsprechend, sehr gering. Er schwankt für die erdfeucht eingeschlagenen Proben zwischen nur 3 und 5% und für die weich eingefüllten zwischen 11 und 19%.

Das verhältnismäßig günstige Verhalten der mit Lauge angemachten Probekörper aus Portlandzement und Erzzement ist vermutlich auf die durch die Lauge bewirkte Treibneigung zurückzuführen. Solche wirkt bekanntlich, falls sie nicht zu stark ist, auf die Druckfestigkeit begünstigend, führt jedoch, wenn sie eine gewisse Grenze überschreitet, zur Rißbildung und unter Umständen zum vollständigen Verfall, wie dies bei den Proben aus Tonerdezement zu beobachten ist.

Unaufgeklärt bleibt das Verhalten der weich angemachten, unter Wasser erhärteten Probekörper aus Tonerdezement, die nicht zerfallen sind, während die erdfeucht angemachten bei gleicher Lagerart zerstört wurden. Vielleicht können sich in dem weich angemachten und daher viele Hohlräume enthaltenden Beton die zum Treiben neigenden Verbindungen freier entfalten, ohne zur Zerstörung des Betongefüges zu führen, während sie in der erdfeucht angemachten, dicht gestampften Betonmasse allseitig auf Widerstand stoßen und deren Auseinandertreiben verursachen.

b) Einfluß der Art der Lagerung.

Die unter Lauge gelagerten Probekörper haben (mit Ausnahme der weich angemachten aus Tonerdezement) sämtlich geringere Festigkeiten ergeben als die in Wasser gelagerten, ein Beweis dafür, daß die Lauge die Erhärtung schädlich beeinflußt hat.

Die sofort unter Lauge gelegten Proben lieferten, erdfeucht angemacht, durchschnittlich höhere, und, weich angemacht, geringere Festigkeiten als die erst nach drei Tagen Luftlagerung unter Lauge gebrachten Körper gleicher Art.

Bei dem Erzzement ergaben die sofort in Wasser gelegten Probekörper, mit Wasser angemacht (in beiden Fällen, d. h. erdfeucht und weich), geringere Festigkeiten, und, mit Lauge angemacht, in erdfeuchter Mischung höhere und in weicher Mischung geringere Festigkeiten als die erst nach drei Tagen Luftlagerung unter Lauge gelegten.

Die mit Wasser angemachten Proben aus Tonerdezement verhielten sich bei Lagerung in Lauge äußerst günstig. Sie ergaben, erdfeucht gestampft, nahezu die gleichen Festigkeiten, und, weich eingefüllt, zum Teil höhere Festigkeiten als die unter Wasser erhärteten.

Die mit Wasser angemachten, sofort unter Lauge gelegten Proben aus Tonerdezement lieferten geringere Festigkeit als die erst nach drei Tagen Luftlagerung unter Lauge gebrachten.

G. Schlußergebnis.

Aus vorstehendem Prüfungsbefund ist zu ersehen, daß das Anmachen des Betons mit Lauge auf den Portlandzement und Erzzement innerhalb der angewendeten Beobachtungszeiten nur wenig, auf den Tonerdezement dagegen äußerst nachteilig eingewirkt hat, besonders wenn dieser erdfeucht, also mit wenig Wasser, angemacht war. Hoher Zusatz an Lauge wirkte auf Portlandzement und Erzzement sogar günstiger als hoher Wasserzusatz, ein Ergebnis, das die von Dr. Guttmann[1] bei Versuchen über das Verhalten von Zement gegenüber Schachtlauge gemachten Beobachtungen bestätigt. Auch er fand beim Anmachen mit Sole Verbesserung der Festigkeit.

Das Lagern des Betons in Lauge hat auf Portlandzement und Erzzement festigkeitsvermindernd gewirkt, ohne indessen innerhalb der vorgeschriebenen Lagerungsdauer (3 Monate) irgendwelche äußerlich wahrnehmbaren Beschädigungen des Betons herbeizuführen.

Auf den Beton aus Tonerdezement hat das Lagern in Lauge, wenn der Beton mit Wasser angemacht war, keinerlei schädigenden Einfluß ausgeübt. Die Festigkeit hat bei dieser Lagerart nicht die geringste Einbuße erlitten. War er dagegen mit Lauge angemacht, so wirkte das Lagern in Lauge derart zerstörend, daß völliger Zerfall eintrat.

Hieraus läßt sich schließen, daß die Zerstörung des Betonblockes in dem Förderschacht darauf zurückzuführen ist, daß der Beton des Blockes, der in seinem oberen Teil aus Tonerdezement hergestellt war, schon kurz nach seinem Einbringen, also noch wahrscheinlich während des Abbindens, mit der im Schacht herunterträufelnden Lauge in Berührung gekommen ist und später noch längere Zeit unter Lauge gestanden hat.

Ausgeschlossen ist auch nicht, daß zur Herstellung des Betons stellenweise eine Mischung aus Portlandzement und Tonerdezement verwendet und so die Widerstandsfähigkeit des Betons gegen die Einwirkung der Lauge vermindert worden ist; denn die Untersuchung der an Ort und Stelle entnommenen, nicht erhärteten Betonprobe ergab folgende Zusammensetzung des Bindemittels:

Lösliche Kieselsäure	20,5%
Tonerde	14,1%
Eisenoxyd	3,7%
Kalk	58,5%
Magnesia	1,7%
Schwefelsäure (SO_3)	1,2%.

Hiernach besteht das Bindemittel nicht aus Tonerdezement. Es kann aber auch andererseits wegen seines hohen Tonerde- und niedrigen Kalkgehaltes nicht als Portlandzement angesprochen werden. Allem An-

[1] Dr. A. Guttmann: Die Verwendbarkeit der hydraulischen Bindemittel im Kalibergbau, „Kali", Zeitschrift für Gewinnung, Verarbeitung und Verwertung der Kalisalze, H. 22. 1926.

Digitized by Google

schein nach liegt ein mit Tonerdezement vermischter Portlandzement vor.

Betrachtet man das Verhalten der verschiedenen Zemente unter Berücksichtigung ihrer chemischen Zusammensetzung, so ersieht man, daß der tonerdereiche, wenn auch kalkarme Tonerdezement weniger widerstandsfähig gegen das Anmachen mit Lauge ist als der tonerdearme, aber kalkreiche Portlandzement und Erzzement, woraus folgt, daß wahrscheinlich die Tonerde derjenige Bestandteil ist, der das Verhalten der Zemente gegenüber der Lauge bestimmt. Zu demselben Schluß ist übrigens auch Dr. Guttmann[1] bei ähnlichen wie den vorliegenden Versuchen gekommen. Auch er fand, daß gewissen Schachtlaugen gegenüber die tonerdereichen Zemente sich als weniger widerstandsfähig erweisen als die tonerdearmen.

Über den Rahmen des Arbeitsplanes der vorbesprochenen Versuche hinaus wurden noch folgende Untersuchungen angestellt, deren Ergebnisse, wenn auch für die Praxis von geringerer Bedeutung, in wissenschaftlicher Beziehung indessen sehr beachtenswert sind.

Aus weich angemachtem Mörtel aus 1 Gewtl. Portlandzement bzw. Erzzement und Tonerdezement und 3 Gewtl. Normensand wurden Würfel in Normalformat hergestellt, wobei gleichzeitig an verschiedenen Stellen der Probekörper kleine Stücke verschiedener Salzarten, und zwar von

a) älterem Carnallit mit Kieserit,
b) jüngerem Carnallit mit Kieserit,
c) Steinsalz und
d) Sylvenit

eingebettet wurden.

Die Körper lagerten zunächst an der Luft. Ihre Beobachtung ergab folgendes:

In einem Umkreise von etwa $^1/_2$ cm um die Salzbrocken herum traten Abbindestörungen ein. Diese Stellen blieben, außer bei den Proben mit Steinsalz, weich und feucht. Im übrigen war der Mörtel erhärtet. Die Steinsalz enthaltenden Würfel zeigten normales Erhärten. Am stärksten war der Angriff des älteren und jüngeren Carnallits (KCl, $MgCl_2 + 6\,H_2O$) mit Kieserit ($MgSO_4 + H_2O$). Die diese Salze enthaltenden Würfel aus Portlandzement und Erzzement zeigten an den Seitenflächen in der Nähe der eingelegten Salzstückchen schwache Auswitterungen und waren an den die Salzklümpchen umgebenden Stellen erst nach 7 Tagen trocken und erhärtet. Der Mörtel blieb aber in der Nähe der Salzstückchen bröckelig. Die Würfel aus Portlandzement zeigten nach 2 Wochen Risse (anscheinend Treibrisse), die sich indessen während der weiteren Beobachtungszeit nicht vergrößerten.

Die den Carnallit enthaltenden Würfel aus Tonerdezement waren noch nach 3 Wochen in der Nähe der Salzklümpchen feucht. Von außen waren große feuchte Flecken mit Ausblühungen weißer und brauner Salze und Ausschwitzungen einer braunen Flüssigkeit sichtbar. Die Flecken erschienen noch nach 4 Monaten nicht völlig trocken. Bei den Würfeln mit jüngerem Carnallit traten alle genannten Erscheinungen in erheblich stärkerem Maße auf als bei denen mit älterem Carnallit.

Nach 2 Tagen Luftlagerung wurde von jeder Reihe Proben ein Würfel ins Wasser gelegt, und zwar derart, daß die Würfel mit den gleichen Salzen in einem Gefäß für sich lagerten.

Die Salze lösten sich auf. Nach 24 Stunden trat bei allen Probekörpern völlige Erhärtung der vorher weichen Stellen ein.

Die Würfel aus Portlandzement mit Carnallit zeigten ebenso wie bei Luftlagerung nach 14 Tagen schwache Treibrisse. Alle übrigen Proben blieben äußerlich unverändert.

Zusammenfassung:

Erzzement erwies sich am widerstandsfähigsten gegen die Einwirkung der verwendeten Salze. Es traten weder Risse noch starke Ausblühungen auf. Für die Wirkung der Salze auf Portlandzement und Tonerdezement war anscheinend der Gehalt der Salze an Magnesiumchlorid entscheidend. Nur die $MgCl_2$ enthaltenden Salze bewirkten Treiben bzw. starke Auswitterung.

[1] S. Bemerkung S. 68.

Die Einwirkung von Schwefelwasserstoff auf Kalkmörtel, Zementmörtel und Beton.

Von **V. Rodt**[1].

Die oft noch in letzter Zeit in der Literatur auftauchenden irrigen Auffassungen über die Wirkung von Schwefelwasserstoff auf Bauten aus Kalk-, Zementmörtel und Beton veranlassen mich, auf ausführliche Untersuchungen, die im Auftrage des deutschen Ausschusses für Eisenbeton[2] (Moorausschuß) im Jahre 1915 ff. ausgeführt worden sind, zurückgreifend, dieses Gebiet klarzulegen.

In Anschluß an die Lagerung von Mörtelkörpern verschiedener Mischungsverhältnisse, in den vom Moorausschuß ausgewählten Hoch- und Niederungsmooren in den Gebieten des Elb-Trave-Kanals, des Kehdinger Hochmoors und des Bayrischen Moores bei Bernau wurden im Laboratorium kleine, flache kreisförmige Plättchen von 34 mm Durchmesser und 4 mm Höhe geformt und der Einwirkung eines Schwefelwasserstoffgasluftgemisches ausgesetzt.

Die Zusammensetzung dieses wassergesättigten Gasgemisches war 1 Vol. Schwefelwasserstoff auf 15 bis 100 Vol. Luft. Die Plättchen bestanden aus: a) reinem Kalkteig, b) reinem kohlensauren Kalk, c) einem Gemisch aus Kalk und Sand im Gewichtsverhältnis 1:7, d) Zementmörtel 1:3 im frischen Zustande, sowie nach 28tägiger Abbindezeit.

Die kreisförmigen Plättchen wurden hochkant in Glasschälchen im Innern von Exsikkatoren aufgestellt,

[1] Original: Zement 14, Nr. 22, S. 481/83 (1925).

[2] Prot. d. d. Aussch. für Eisenbeton, Heft 49, S. 83: „Versuche über das Verhalten von Mörtel und Beton im Moor." Wilhelm Ernst & Sohn, Berlin 1922.

Digitized by Google

durch welche das Gasgemisch in dauerndem Strome langsam durchgeleitet wurde.

Ohne die tabellarische Zusammenstellung der Versuchsresultate hier zu wiederholen, seien die Ergebnisse der auf breiter Basis aufgebauten Versuche in folgendem kurz wiedergegeben, um sie einem größeren Kreise von Lesern zugänglich zu machen.

Auf kohlensauren Kalk hatte der lufthaltige Schwefelwasserstoff fast keine Einwirkung. Bei absichtlichem Zusatz von Eisenoxyd[1] entstanden sehr geringe Mengen von Gips, die jedoch bei 8tägiger Lagerung in keinem Falle 2% der vorhandenen Kalkmenge überstiegen.

Ganz anders verhalten sich die Kalkhydrat enthaltenden Bindemittel. Nach kurzer Zeit der Einwirkung erscheinen an den sandfreien, sowie an den Mörtelkörpern Flüssigkeitsaussonderungen, die anfangs farblos sind, bald aber eine immer gelbere Farbe annehmen und schließlich von den Körpern unten abfließen.

Die Untersuchung dieser Flüssigkeit ergab stets, daß sie aus dem zerfließlichen Kalziumsulfhydrat ($Ca(SH)_2$) bestand, welches unter der Einwirkung des Luftsauerstoffes sehr bald unter Gelbfärbung in das Polysulfidhydrat überging. Diese Laugen ergaben dementsprechend beim Ansäuern mit Salzsäure unter Entwicklung von Schwefelwasserstoff eine sehr starke Schwefelausscheidung. Wie ersichtlich, werden diese äußerst leicht löslichen Kalziumsulfhydrate durch wenig Wasser leicht abgespült und der weiteren Einwirkung auf der Oberfläche der Mörtelkörper entzogen. Wurden derartige von Schwefelwasserstoff angegriffene Körper jedoch nachträglich längere Zeit der Luft ausgesetzt, veränderte sich wesentlich das Bild. Die Oberfläche nahm ein trockenes Aussehen an und die an der Oberfläche befindlichen Anteile bestanden dann im wesentlichen aus Kalziumthiosulfat, welches infolge Oxydation durch den Sauerstoff der Luft aus den Resten vom Kalziumpolysulfid, die an der Oberfläche verblieben waren, hervorgegangen ist. Dieses Thiosulfat selbst ist nun ein gegen Oxydation ziemlich beständiger Körper. Ist aber infolge der Anwesenheit von Kohlensäure Gelegenheit zur Umsetzung unter Abscheidung von kohlensaurem Kalk und Entwicklung freier Thioschwefelsäure gegeben, so zersetzt sich letztere leicht in schweflige Säure und Schwefel entsprechend der Gleichung:

$$H_2S_2O_3 = H_2O + SO_2 + S.$$

Die freie schweflige Säure vermag dann ihrerseits kohlensauren Kalk unter Bildung von Kalziumsulfit zu zersetzen, sofern nicht noch überschüssiger Schwefelwasserstoff vorhanden ist. Denn mit letzterem setzt sich die schweflige Säure zu Wasser und molekularem Schwefel um nach der Gleichung:

$$2\ H_2S + SO_2 = 2\ H_2O + 3\ S.$$

Kalziumsulfit endlich vermag durch Oxydation in Kalziumsulfat (Gips) gemäß folgender Gleichung überzugehen:

$$CaSO_3 + O = CaSO_4.$$

[1] Die Mischung wurde durch Fällung eines Gemisches von Chlorkalzium und Eisenchlorid mit Ammoniumkarbonat erzeugt.

Unter den tatsächlichen Verhältnissen muß berücksichtigt werden, daß wir in den Mörtelkörpern unter normalen Verhältnissen erhebliche Mengen von freiem Kalk verfügbar haben, so daß das aus dem Kalziumpolysulfid gebildete Erstlingsprodukt, das Kalziumthiosulfat durch die Kohlensäure der Luft erst dann die besprochenen Umwandlungen erfahren kann, wenn der freie Kalk in kohlensauren Kalk umgewandelt ist und die weitere disponible Kohlensäure auf das Thiosulfat zur Einwirkung kommt. Da der Kohlensäuregehalt der Luft im Durchschnitt nur 0,03% beträgt, ist ersichtlich, daß der Übergang in Kalziumsulfat und damit die Gipsbildung in freier Luft sehr langsam verlaufen wird. Wesentlich beschleunigt wird der Prozeß freilich, wenn in Kanälen oder in überdeckten Sammelbecken die Möglichkeit des Entweichens größerer Mengen von Kohlensäure aus dem fließenden Wasser oder durch Fäulnis aus Faulschwamm besteht. Und so erklärt sich das in der Praxis vielfach beobachtete Auftreten reichlicher Gipsmengen an den vom Wasser nicht bespülten Gewölbeteilen von Kanälen, die Schwefelwasserstoff enthaltende Wässer führen[1].

Aus dem Gesagten geht hervor, daß schwefelwasserstoffhaltige Wässer, soweit sie Kalkmörtel oder Zementmörtel bespülen, durch Bildung von Kalziumsulfhydrat auslaugend wirken werden und der Schwefelwasserstoff ähnlich wie jede schwache Säure wirkt, die lösliche Kalksalze zu bilden vermag.

Stephan und Tacke hielten das Schwefelkalzium für unlöslich. Dies trifft nur für das im Schmelzfluß dargestellte CaS zu, nicht aber für das Einwirkungsprodukt von H_2S auf $Ca(OH_2)$.

Die auf diese Weise gebildete Schwefelalkalilösung wirkt an und für sich auf den Mörtel nicht ein, wie die Versuche von Renezeder[2] zeigen, der die Einwirkung von Schwefelnatriumlösungen beobachtete, sowie nach den Ausführungen von Schauer[3] bezüglich der Einwirkung von Schwefelkalzium auf Zement und Schlacke, die durch Frede[4] u. a. ihre richtige Erklärung fanden.

Ein Zeichen dieser Erstlings-Einwirkung von Schwefelwasserstoffwasser auf Zementmörtel ist die schwarzblaue Färbung im Kern der Körper, beruhend auf der Bildung von Schwefeleisen, welche sich nach kurzer Lagerung an der Luft in den äußeren Schichten in eine Braunfärbung verwandelt, beruhend auf der Zersetzung des gebildeten Schwefeleisens in hydratisches Eisenoxyd und freien

[1] Brettschneider: Zentralbl. Bauverw. Bd. 37, S. 104. 1917; Gesundheitsing. Bd. 30, S. 25. 1907; Jantzen: Zementbauzerstörung durch Schwefelwasserstoffentwicklung bei Granulation von Hochofenschlacke, H. 49, S. 3. 1922; Steuer: Tonindustrie Bd. 23, S. 1604. 1899; Sartori: Chem.-Zg. Bd. 39, S. 957. 1915; Heyer: Chem.-Zg. Bd. 40, S. 102. 1916; Bötke: Techn. Rundsch. Bd. 19, Nr. 16. 1913; Stephan: Beton Eisen Bd. 9, S. 22. 1910; Protokolle der deutschen P. Z. F. 1914, S. 119; Weihrauch: Die Wasserversorgung der Städte, 2. Aufl., Bd. 1, S. 229. Leipzig 1914; Engineering-Record Bd. 57, S. 20. 1908; Eng. Chem. Bd. 4, S. 564. 1912; Gesundheitsing. Bd. 33, S. 632. 1910.

[2] Tonindustrie Bd. 31, S. 172. 1907.

[3] Zement Bd. 12, S. 11. 1923.

[4] Zement Bd. 12, S. 35. 1923.

Digitized by Google

Schwefel[1]. Zur Bildung von Gips dagegen kann es nur an den vom Wasser nicht berührten Stellen kommen, sofern gasförmige Kohlensäure und Luft zur Einwirkung kommen und insbesondere dann, wenn die Einwirkung dieser beiden Stoffe abwechselnd — d. h. eine Zeitlang Schwefelwasserstoff- und eine Zeitlang Kohlensäureeinwirkung — erfolgt. Solche Verhältnisse dürften in Kläranlagen und Faulräumen bestanden haben, von deren weitgehenden Zerstörungserscheinungen dieser Art die angeführte Literatur berichtet; denn die Einwirkung des auf diese Weise entstandenen Gipses auf Betonbauwerke dürfte an dieser Stelle als genügend bekannt keiner weiteren Ausführung bedürfen.

[1] Rodt-Mecklenburg: Z. angew. u. anorg. Chem. Bd. 102, S. 140. 1918; Mitt. a. d. Königl. Materialprüf.-Amt 1907, H. 1, S. 32.

Kalkpulver als Ersatz für Kalkteig in der Traßnormenmischung.

Von **H. Burchartz**[1].

A. Anlaß zu den Versuchen und Zweck derselben.

Nachdem durch die vom „Unterausschuß für Normenkalk“[2] angestellten Versuche über die Verwendbarkeit von Kalkpulver an Stelle des in den Traßnormen vorgeschriebenen Kalkteiges zur Bereitung des Traßnormenmörtels die Eignung des Kalkpulvers für diesen Zweck festgestellt war[3], wurde in der am 26. März 1924 zu Berlin stattgehabten Sitzung des „Ausschusses für Revision der Traßnormen“ beschlossen, statt der bisher gebräuchlichen Mischung 1 Rtl. Traß + 1 Rtl. Normenkalkteig + 1 Rtl. Normensand die Mischung 1 Gtl. Traß + 0,8 Gtl. Normenkalkpulver + 1,5 Gtl. Zementnormensand zur Ermittlung der Normenfestigkeiten der Trasse zu verwenden. Ferner wurde beschlossen, Versuche auszuführen, um zu ermitteln, wie sich die mit dem Kalkpulver erzielten Festigkeiten zu den mit Kalkteig gewonnenen verhalten, um gegebenenfalls die in den alten Traßnormen festgelegten Mindestwerte für die Zug- und Druckfestigkeit entsprechend zu erhöhen. Ferner sollte festgestellt werden, ob Normenkalkpulver, das nur durch das 240-Maschensieb geschickt ist, die gleichen Festigkeiten liefert wie Kalkpulver, das durch das 900-Maschensieb gefeint ist.

Da es bei den bestehenden Traßnormen als Mangel empfunden wird, daß in ihnen nicht wie in den Zementnormen ein Verfahren vorgesehen ist, das es ermöglicht, die Richtigkeit des zum Anmachen des Normenmörtels gewählten Wasserzusatzes zu überprüfen[4], die zur Bereitung von Mörtel oder Beton angewendete Menge Wasser aber bekanntlich eine große Rolle spielt, weil sie deren Dichte und Festigkeit in hohem Grade beeinflußt, und vergleichbare Versuchsergebnisse bei der Normenprüfung nur gewonnen werden können, wenn der Wasserzusatz zum Normenmörtel nach einheitlichen Grundsätzen zuverlässig bestimmt wird, sollte weiterhin möglichst ein Verfahren ausfindig gemacht werden, das es gestattet, die Richtigkeit des Wasserzusatzes zur Traßnormenmischung objektiv zu überprüfen und zu beurteilen.

Nach Vorschlag Berndt[1] sollten zu diesem Zweck Eindruckversuche mittels der Vicatschen Nadel, die mit 2 kg belastet wird, ausgeführt werden, und zwar wie folgt:

Frisch eingeschlagene Druckprobekörper des in Normalsteife angemachten Normenmörtels sollten in der Form unter die mit 2 kg belastete Vicat-Nadel gestellt, diese ebenso, wie es bei dem Abbindeversuch mit Zement üblich ist, vorsichtig bis auf die Oberfläche des Körpers geführt und dann in den Mörtel einsinken gelassen werden. Die Tiefe des Eindringens der Nadel während einer Minute Belastung sollte gemessen werden.

War der Wasserzusatz richtig gewählt, so sollten die verschiedenen Trasse annähernd gleiche Eindringtiefe der Nadel zeigen.

Es mag schon an dieser Stelle bemerkt werden, daß diese Erwartung nicht eintraf, die Eindringversuche also nicht zu dem gewünschten Ergebnis führten.

Sämtliche Versuche sollten an folgenden Stellen ausgeführt werden:

1. Staatliches Materialprüfungsamt, Berlin-Dahlem.
2. Staatliche Materialprüfungsanstalt, Darmstadt.
3. Chemisches Laboratorium für Tonindustrie, Berlin.
4. Deutscher Traßbund, Andernach.
5. Bayerische Landesgewerbeanstalt, mechanisch-technische Abteilung, Nürnberg.

B. Probematerial.

Das Probematerial bestand aus:

1. Nettetaler Traß.
2. Brohler Traß.
3. Bayerischem Traß.
4. Normenkalkteig.

[1] Original; Tonindustrie-Zeitung 49, Nr. 50, S. 687/90. (1925).

[2] Der Ausschuß war durch den Ausschuß XVII (des Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik) zur Revision der Traßnormen eingesetzt und bestand aus den Herren Geheimrat Prof. Berndt, Patentanwalt Cramer und Prof. Burchartz.

[3] Normenkalkpulver als Ersatz für Normenkalkteig zur Bereitung von Traßnormenmörtel. Mitt. a. d. Materialprüfungsamt 1924, H. 7/8, S. 81.

[4] Die Beurteilung, ob der Wasserzusatz zum Traßnormenmörtel richtig gewählt ist, ist zur Zeit eine rein gefühlsmäßige. Es wird nur festgestellt, ob der Mörtel erdfeucht ist, was daran erkannt werden soll, ob er sich noch in der Hand ballen läßt.

[1] Das bei der Zementnormenprüfung übliche Verfahren, die Richtigkeit des zum Anmachen des Normenmörtels gewählten Wasserzusatzes nach dem Verhalten des Mörtels beim Einschlagen auf dem Hammerapparat zu beurteilen — hiernach ist der Wasserzusatz richtig gewählt worden, wenn zwischen dem 90. und 110. Schlage Schlammabsonderung eintritt —, konnte bei der Traßnormenmischung nicht in Frage kommen, weil nach den vorliegenden Erfahrungen dieser Schlammaustritt beim Einschlagen des Traßmörtels überhaupt nicht erfolgte.

Digitized by Google

5. Normenkalkpulver:
   a) auf dem 900-Maschensieb abgesiebt;
   b) auf dem 240-Maschensieb abgesiebt.
6. Zementnormensand.

Der Nettetaler und Brohler Traß wurden vom Deutschen Traßbund, der bayerische Traß von den Bayerischen Traßwerken zur Verfügung gestellt. Der Normenkalkteig wurde den Beständen des Amtes entnommen, das erforderliche Kalkpulver durch Trocknen von Normenkalkteig gewonnen. Das trockene Pulver wurde zerkleinert und durch das 900- bzw. 240-Maschensieb geschickt. Leider stand zur Zeit des Beginns dieser Versuche nur stark abgelagerter Kalkteig zur Verfügung, da bis dahin eine Neueinlöschung und Abnahme von Normenkalkteig nicht stattgefunden hatte. Es war zu vermuten, daß die Verwendung dieses Kalkteiges das Gesamtergebnis der Festigkeitsversuche mehr oder weniger ungünstig beeinflussen würde. Dieses war aber von unwesentlicher Bedeutung, da es im vorliegenden Falle nicht auf die Erzielung besonders hoher, sondern vergleichbarer Werte ankam.

C Umfang der Versuche.

Die Untersuchungen umfassen, soweit sie im Staatlichen Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem durchgeführt wurden, folgende Ermittlungen:

1. Prüfung der Trasse auf:
   a) chemische Zusammensetzung;
   b) Raumgewicht, spezifisches Gewicht;
   c) Mahlfeinheit;
   d) Gehalt an hygroskopischem und Hydratwasser.
2. Eindruckversuche nach dem Vicat-Verfahren zur Bestimmung des Wasserzusatzes für den Traßnormenmörtel.
3. Bestimmung der Zug- und Druckfestigkeit der Mörtelmischungen:

a) 1 Rtl. Traß + 1 Rtl. Normenkalkteig + 1 Rtl. Zementnormensand;

b) 1 Gtl. Traß + 0,8 Gtl. Normenkalkpulver (auf dem 900-Maschensieb abgesiebt) + 1,5 Gtl. Zementnormensand;

c) 1 Gtl. Traß + 0,8 Gtl. Normenkalkpulver (auf dem 240-Maschensieb abgesiebt) + 1,5 Gtl. Zementnormensand — nach 28 Tagen Erhärtung (3 Tage in feuchter Luft, 25 Tage in Wasser).

D. Herstellung der Mischung und der Probekörper für die Festigkeitsprüfungen.

a) Mischung aus Kalkteig (C 3a).

Die Bereitung dieser Mischung erfolgte genau gemäß den Vorschriften der alten Traßformen.

b) Mischungen aus Kalkpulver (3b und c).

Traß und Kalkpulver wurden in dem vorgeschriebenen Mischungsverhältnis zunächst 1 Min. trocken und nach Zusatz des gesamten erforderlichen Wassers nochmals 1 Min. in einer Schüssel mit einem Löffel gemischt. Dann wurde die Mischung im Traßnormenkollergang gleichmäßig verteilt und durch 50 Tellerumdrehungen bearbeitet. Der Mischung wurde der Normensand unter gleichmäßiger Verteilung im Kollergang zugesetzt und die Masse nochmals unter Anwendung von 25 Tellerumdrehungen durchgearbeitet. Der Wasserzusatz wurde, soweit die Mischungen in normaler Steife anzumachen waren, so bemessen, daß der Mörtel erdfeuchte Beschaffenheit erlangte. Dieser Zustand wurde nicht nur danach beurteilt, ob der Mörtel sich in der Hand ballen ließ, sondern auch nach seinem Verhalten beim Einschlagen, und zwar wurde der Wasserzusatz als richtig gewählt angesehen, wenn die Probekörper glatte Seitenflächen hatten (rauhe Flächen bilden sich bei zu trockenem Mörtel und deuten also auf zu geringen Wasserzusatz) und keine wagerechten Schichten bzw. Risse aufwiesen (Schichten- bzw. Rißbildung tritt bei zu hohem Wasserzusatz ein).

Für die Eindruckversuche wurden außer dem Mörtel mit normengemäßem Wasserzusatz auch solche mit geringeren und höheren Wasserzusätzen hergestellt.

Die Mörtel aus Nettetaler Traß erwiesen sich beim Eindruckversuch als weniger empfindlich als die aus dem Brohler und bayerischen Traß; denn, wie Vorversuche ergaben, lieferten erstere bei einem Unterschiede von $^1/_2$% im Wasserzusatz keine merkbaren Abweichungen in der Eindringtiefe. Z. B. ergab der Mörtel aus 12,5% Wasserzusatz keine andere Eindringtiefe als der mit 12%. Die Unterschiede im Wasserzusatz wurden daher beim Nettetaler Traß größer gewählt als bei den beiden anderen Trassen (1 statt $^1/_2$%).

Die angewendeten Wasserzusätze sind in Tab. 1 verzeichnet.

Tafel 1. Wassergehalt des Normenmörtels aus Kalkteig und Wasserzusätze zu den Normenmörteln aus Kalkpulver.

Art des Trasses	Normenmörtel aus				
	Kalkteig	Kalkpulver[1], auf 900-Maschinensieb gesiebt, mit			Kalkpulver[2], auf 240 Maschensieb gesiebt, mit
	Normaler Wassergehalt in %	Wasserzusatz a in %	Wasserzusatz b in %	Wasserzusatz c in %	Normalem Wasserzusatz in %
Nettetaler Traß	12,8	12,0	13,0	14,0	12,5
Brohler Traß	11,9	12,5	13,0	13,5	12,5
Bayerischer Traß	13,7	11,5	12,0	12,5	12,0

Die Anfertigung der Probekörper erfolgte gemäß den Vorschriften der Traßnormen auf dem Normen-Hammerapparat Bauart Böhme mit Festhaltung Martens.

Die Probekörper lagerten 3 Tage in feucht gehaltenen Kästen, die übrige Zeit unter Wasser von Zimmerwärme.

E. Eindruckversuche.

Diese Versuche wurden nur an Körpern der Mischung 1 Gtl. Traß + 0,8 Gtl. Normenkalkpulver (auf dem 900-Maschensieb abgesiebt) 1,5 +Gtl. Normensand vorgenommen. Sie erstreckten sich jedoch, um die Beziehungen zwischen der Höhe des Wasserzusatzes und dem Verhalten der Mörtel gegenüber dem Eindringen der mit

[1] Ein Liter wog eingefüllt im Mittel: 0,590 kg.
[2] Ein Liter wog eingefüllt im Mittel: 0,620 kg.

Digitized by Google

Tafel 2. **Ergebnisse der Eindringversuche mittels der Vicat-Nadel unter 2 kg Belastung[1]. Mischung = 1 Gtl. Traß + 0,8 Gtl. Kalkpulver (900 Maschen) + 1,5 Gtl. Normensand. Dauer der Belastung: 1 Minute.**

Art des Trasses	Wasserzuzatz %	Eindringtiefe in mm							Beurteilung nach dem Verhalten beim Einschlagen
Nettetaler Traß	12,0 (a)	3,0 +30%	2,1 −9%	2,3 0	1,9 −17%	2,0 −13%	2,6; +13%	Mittel = **2,3**	Seitenflächen rauh, Wasserzusatz zu niedrig
	13,0 (b)	5,4 −2%	7,8 +42%	5,5 0	5,5 0	5,0 −9%	4,0; −27%	Mittel = **55** 100	Seitenflächen glatt, rißfrei, Wasserzusatz richtig gewählt
	14,0 (c)	30,8 −10%	34,3 0	32,4 −6%	30,5 −11%	40,0 +17%	37,8; +10%	Mittel = **34,3**	Schichten- bzw. Rißbildung, Wasserzusatz zu hoch
	15,0 (d)	Nadel sinkt vollständig ein. Messung nicht ausführbar.							desgl.
Brohler Traß	12,5 (a)	5,8 +26%	4,1 −11%	5,8 +26%	3,1 −33%	5,5 +20%	3,1; −33%	Mittel = **4,6**	Seitenflächen rauh, Wasserzusatz zu niedrig
	13,0 (b)	9,0 −13%	9,3 −10%	10,8 +5%	10,6 +3%	11,0 +7%	11,3; +10%	Mittel = **10,3**	Seitenflächen glatt, rißfrei, Wasserzusatz richtig gewählt
	13,5 (c)	17,1 +1%	17,0 +1%	15,5 −8%	16,5 −2%	16,2 −4%	19,0; +12%	Mittel = **16,9**	Seitenflächen glatt, beginnende leichte, kaum merkliche Rißbildg.
	14,0 (d)	Nadel sinkt vollständig ein. Messung nicht ausführbar.							Schichten- bzw. Rißbildung, Wasserzusatz zu hoch
Bayerischer Traß	11,5 (a)	3,0 +36%	2,8 +27%	2,4 +9%	1,8 −18%	1,6 −27%	1,8; −18%	Mittel = **2,2**	Seitenflächen rauh, Wasserzusatz zu niedrig
	12,0 (b)	5,1 +8%	5,0 +6%	5,4 +15%	4,2 −11%	3,8; −19%		Mittel = **4,7**	Seitenflächen rauh, Wasserzusatz zu niedrig
	12,5 (c)	22,7 +40%	19,0 +17%	14,0 −14%	15,0 −7%	12,8 −21%	13,8; −15%	Mittel = **16,2**	Seitenflächen glatt, rißfrei. Wasserzusatz richtig gewählt
	13,0 (d)	Nadel sinkt vollständig ein. Messung nicht ausführbar.							Schichten- bzw. Rißbildung, Wasserzusatz zu hoch

2 kg belasteten Vicat-Nadel und damit die Brauchbarkeit des Vicat-Verfahrens für den in Aussicht genommenen Zweck festzustellen, nicht nur auf Mörtel, der in normengemäßer Steife (erdfeucht) hergestellt war, sondern auch auf solche, die mit niedrigeren und höheren Wasserzusätzen angemacht waren, und zwar wurden die Wasserzusätze soweit gesteigert, bis die 44 mm lange Nadel vollständig in den Mörtelkörper eindrang und die Tiefe des Eindringens nicht mehr meßbar war.

Die Versuche selbst wurden in der oben angegebenen Weise ausgeführt. Ihre Ergebnisse sind in Tafel 2 nebst den prozentualen Abweichungen der Einzelwerte vom Mittel jeder Reihe (s. die kleingedruckten Zahlen) zusammengestellt. Die letzte Längsspalte der Tabelle enthält Angaben über das Verhalten der Mörtel beim Einschlagen bzw. das Aussehen der Probekörper nach Fertigung und hierauf erfolgtem sofortigem Entformen.

Aus den Ergebnissen ist folgendes ersichtlich:

1. Die Eindringtiefe ist um so größer, je höher der Wasserzusatz ist, ein Ergebnis allerdings, das vorauszusehen war; denn je wasserreicher, also weicher der Mörtel ist, um so leichter kann die Nadel eindringen.

2. Die Eindringtiefe wächst nicht proportional mit dem Wasserzusatz, sondern nimmt mit gesteigertem Wasserzusatz unverhältnismäßig stark zu. Z. B. steigt bei dem Nettetaler Traß mit Erhöhung des Wasserzusatzes von 12 auf 13% die Eindringtiefe von 2,3 auf nur 5,5 mm (also um 139%), dagegen mit Erhöhung des Wasserzusatzes von 13 auf 14% von 5,5 auf 34,3 mm (also um 524%).

3. Die Eindringtiefe ist bei gleichem Wasserzusatz für die verschiedenen Trasse verschieden. Z. B. beträgt die Eindringtiefe im Mittel bei 13% Wasserzusatz

für den Nettetaler Traß . . . . . 5,5 mm,
für den Brohler Traß . . . . . 10,3 mm,

während bei dem bayerischen Traß mit diesem Wasserzusatz die Nadel soweit eindringt, daß die Tiefe des Eindringens nicht mehr meßbar ist.

4. Bei demjenigen Wasserzusatz, der nach dem Verhalten der Probekörper beim Einschlagen als normengemäß anzusehen war, ist die Eindringtiefe für die verschiedenen Trasse verschieden. Sie beträgt durchschnittlich für:

den Nettetaler Traß mit 13% Wasser . . . . . 5,5 mm
den Brohler Traß mit 13,0% Wasser. . . . . 10,3 mm
und den bayerischen Traß mit 12,5% Wasser. . 16,2 mm.

Anscheinend hängt das verschiedene Verhalten der Mörtel aus den verschiedenen Trassen mit deren Korngröße bzw. Feinheitsgrad zusammen. Der Nettetaler Traß ist nämlich grob, der Brohler weniger grob und der bayerische Traß am feinsten gemahlen. Je gröber aber das Korn ist, desto größerer Widerstand wird dem Eindringen der Nadel entgegengesetzt, um so langsamer wird die Nadel in den Mörtel eindringen und um so geringer ist die Eindringtiefe in der Zeiteinheit.

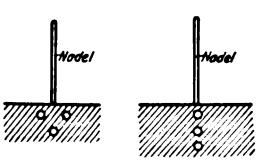


Abb. 1. Abb. 2.

Hierzu kommt auch noch der Einfluß, den die Lage der Körner der Trasse und auch die der Normensandkörner im Mörtel auf das Eindringen der Nadel ausübt. Z. B. wird, wenn die Körner wie in Abb 1 liegen, die Nadel leichter eindringen als bei der Lage nach Abb. 2.

[1] Die in der Tabelle klein gedruckten Zahlen sind die Abweichungen der Einzelwerte vom Mittel, dieses = 100 gesetzt.

Digitized by Google

Hieraus erklären sich auch die großen Schwankungen in den Einzelwerten der Eindruckversuche jeder Reihe (s. die kleingedruckten Zahlen in Tafel 2). So betragen bei normalem Wasserzusatz die größten prozentualen positiven und negativen Abweichungen der Einzelwerte vom Mittel bei dem

Nettetaler Traß . . . . + 42 bzw. — 27%,
Brohler Traß . . . . . + 12 bzw. — 8%,
Bayerischen Traß . . . + 40 bzw. — 21%.

Natürlich sind unter solchen Umständen die gewonnenen Mittelwerte unsicher und können keinen Anspruch auf Zuverlässigkeit machen.

Das Vicat-Verfahren ist also zur Bestimmung des richtigen Wasserzusatzes zum Traßnormenmörtel nicht geeignet.

F. Versuchsergebnisse.

Die Ergebnisse der Prüfung der zu den Versuchen verwendeten Trasse auf chemische Zusammensetzung, Gewicht, Mahlfeinheit und Gehalt an hygroskopischem und Hydratwasser sind in den Tafeln 3 und 4, die Werte der Bestimmung des Gewichtes der zu den Festigkeitsprüfungen hergestellten Probekörper und der Festigkeitsversuche selbst in den Tafeln 5 und 6 verzeichnet.

Die Ergebnisse der Gewichtsbestimmung und Festigkeitsprüfung sind mit allen Einzelwerten wiedergegeben, um deren Abweichungen voneinander und damit den Zuverlässigkeitsgrad der errechneten Mittelwerte erkennen zu lassen.

Nach der Analyse unterscheiden sich die Trasse wesentlich im Gehalt an in Salzsäure Unlöslichem, Sesquioxyden und Kalk. Die beiden rheinischen Trasse haben geringeren Gehalt an Unlöslichem, höheren Gehalt an löslicher Kieselsäure sowie Eisenoxyd und Tonerde und geringeren Gehalt an Kalk als das bayerische Traß. Auffallend hoch ist der Unterschied im Gehalt an Kieselsäure (24,55 bzw. 21,03 gegen 12,39%).

Im übrigen haben die Trasse die Zusammensetzung typischer rheinischer bzw. bayerischer Trasse und kennzeichnen sich als solche auch nach den übrigen Eigenschaften. Wie aus dem Ergebnis der Siebversuche hervorgeht, ist, wie auch bereits oben erwähnt, der Nettetaler Traß ziemlich grob, der Brohler weniger grob und der bayerische Traß am feinsten gemahlen.

Aus den Zahlen der Gewichtsermittlung ist ersichtlich, daß die Gewichte der Proben der einzelnen Reihen außerordentlich gut übereinstimmen. Die Zugprobekörper mehrerer Reihen haben sogar gleiches Gewicht. Bei den Druckprobekörpern beträgt die größte Abweichung im Gewicht nur 10 g, durchschnittlich 6 g. Dies entspricht einer größten positiven und negativen Abweichung von nur 0,5% vom Mittel.

Die Festigkeitszahlen zeigen gleichfalls gute Übereinstimmung in den Einzelwerten jeder Reihe. Die vorkommenden Schwankungen entsprechen den bei Mörtelfestigkeitsprüfungen vorkommenden.

An Hand der Ergebnisse der Festigkeitsprüfung, die zur leichteren Übersicht in Tafel 7 als Mittelwerte zusammengestellt und in Abb. 3 zeichnerisch aufgetragen sind, seien folgende Fragen behandelt:

1. Wie verhalten sich die (mit normalem Wasserzusatz angemachten) Mischungen aus Kalkpulver gegenüber denen aus Kalkteig?
2. Welchen Einfluß übt die Höhe des Wasserzusatzes auf die Mörtelfestigkeit aus?
3. Wie verhalten sich die Mischungen aus feinem Kalkpulver gegenüber denen aus grobem?
4. Können die zur Zeit in den Traßnormen vorgeschriebenen Mindestfestigkeiten erhöht werden?

Tafel 3.
Ergebnisse der Prüfung der Trasse auf chemische Zusammensetzung.

Art des Trasses	Nettetaler		Brohler		Bayerischer	
Bestandteile	Gehalt in % an in Salzsäure[1]					
	löslichen Anteilen	unlöslichen Anteilen	löslichen Anteilen	unlöslichen Anteilen	löslichen Anteilen	unlöslichen Anteilen
Kohlensäure	—	—	—	—	3,50	—
Wasser { Hygroskopisches	2,99	—	3,18	—	5,29	—
Wasser { Hydratwasser	7,35	—	7,96	—	5,45	—
Kieselsäure (SiO_2)	24,55	30,55	21,03	33,66	12,39	44,25
Tonerde (Al_2O_3)	11,02	} [2] 8,03	12,35	} [2] 7,50	4,15	} [2] 11,22
Eisenoxyd (Fe_2O_3)	3,21		2,71		1,91	
Kalk (CaO)	1,08	1,02	1,71	0,74	6,25	1,14
Magnesia (MgO)	0,88	0,64	0,71	0,51	1,43	1,03
Schwefelsäure (SO_3)	Spuren		Spuren		Spuren	
Rest (Alkalien)	nicht bestimmt		nicht bestimmt		nicht bestimmt	

Tafel 4.
Ergebnisse der Prüfung der Trasse auf Raumgewicht, spez. Gewicht, Gehalt an hygroskopischem und Hydratwasser, Glühverlust und Mahlfeinheit.

Art des Trasses	Raumgewicht in kg/l		Spezifisches Gewicht, lufttrocken	Gehalt in % an		Glühverlust	Mahlfeinheit								
	eingelaufen Rl	eingerüttelt Rr		hygroskopischem Wasser	Hydratwasser		Rückstand in % auf den Sieben mit der übergeschriebenen Anzahl Maschinen für 1 qm								
						%	20	60	120	240	324	600	900	5000	S[4]
Nettetaler Traß	0,920	1,450	2,430	3,10	7,27	10,14	0,0	0,4	1,9	5,1	9,0	18,3	20,7	43,4	56,6
Brohler Traß	0,860	1,350	2,480	3,30	7,76	10,80	—	0,0	0,1	0,4	1,4	6,7	8,4	31,2	68,8
Bayerischer Traß	0,890	1,400	2,490	5,29	5,45	13,61[3]	—	—	0,0	0,1	0,2	0,8	1,0	23,0	77,0

[1] Salzsäure 1 : 1.

[2] Der Eisenoxyd + Tonerde = Niederschlag enthielt nur sehr wenig Manganoxyd.

[3] Darin 3,50% Kohlensäure.

[4] S Siebfeinstes, d. i. der Durchgang durch das feinste angewendete Sieb (5000-Maschensieb).

Digitized by Google

Tafel 5. Ergebnisse der Gewichts- und Raumgewichtsbestimmungen.
Alter der Proben: 28 Tage.

Mischung	1:1:1 in Raumteilen		1:0,8:1,5 in Gewichtsteilen							
	Kalkteig		Kalkpulver, auf 900-Maschinensieb abgesiebt						Kalkpulver, auf 240-Maschensieb abgesiebt	
	Normaler Wassergehalt		Wasserzusatz a		Wasserzusatz b		Wasserzusatz c		Normaler Wasserzusatz	
Probe Nr.	Gewicht in g der		Gewicht in g der		Gewicht in g der		Gewicht in g der		Gewicht in g der	
	Zugproben	Druckproben	Zugproben	Druckproben	Zugproben	Druckproben	Zugproben	Druckproben	Zugproben	Druckproben
Nettetaler Traß.										
1	148	712	150	705	146	725	147	721	148	693
2	148	715	150	699	146	724	147	720	147	696
3	148	718	150	704	146	726	147	721	148	693
4	148	708	150	707	147	725	146	720	146	695
5	148	719	150	707	148	729	145	718	147	686
Mittel	148	714	150	704	147	726	146	720	147	693
Mittleres Raumgew.	**2,114**	**2,011**	**2,143**	**1,983**	**2,100**	**2,045**	**2,086**	**2,028**	**2,100**	**1,952**
Brohler Traß.										
1	148	720	144	713	146	716	144	718	145	700
2	148	716	145	711	146	718	144	718	146	699
3	148	716	145	713	146	718	143	717	146	697
4	148	714	145	709	147	719	143	719	146	697
5	148	716	145	707	145	721	144	719	146	694
Mittel	148	716	45	711	146	718	144	718	146	697
Mittleres Raumgew.	**2,114**	**2,017**	**2,071**	**2,003**	**2,086**	**2,023**	**2,057**	**2,023**	**2,086**	**1,963**
Bayerischer Traß.										
1	146	713	148	701	148	715	147	725	147	704
2	145	711	148	707	148	713	147	723	148	698
3	145	718	149	700	147	717	147	724	148	697
4	146	714	147	702	147	717	148	723	147	697
5	146	716	148	703	149	707	149	725	147	698
Mittel	146	714	148	703	148	714	148	724	147	699
Mittleres Raumgew.	**2,086**	**2,011**	**2,114**	**1,980**	**2,114**	**2,011**	**2,114**	**2,039**	**2,100**	**1,969**

Zu Frage 1: Aus dem Vergleich der Festigkeiten der aus Kalkteig hergestellten Normenmischung mit denen der aus Kalkpulver bereiteten geht hervor, daß die Zugproben aus erstgenannter Mischung bei dem Nettetaler und Brohler Traß etwas höhere Festigkeiten geliefert haben als die aus letzterer, während die Druckproben in beiden Mischungen gleich hohe Festigkeiten erreicht haben. Bei früheren Versuchen war das Verhältnis der Festigkeiten des Mörtels aus Kalkpulver zu denen des Mörtels aus Kalkteig wesentlich günstiger gefunden worden, indem die Mischungen aus Kalkpulver höhere Festigkeiten ergaben als die aus Kalkteig (s. Mitt. Mat.-Prüfgsamt Berl.-Dahlem 1923, 81 ff.). Das verhältnismäßig ungünstige Verhalten der Mörtel aus Kalkpulver ist im vorliegenden Falle — worauf auch bereits eingangs aufmerksam gemacht worden ist — dem Umstand zuzuschreiben, daß der verwendete Kalk stark abgelagert war.

Bei dem bayerischen Traß ist das Verhältnis der Festigkeiten des aus Kalkpulver bestehenden Mörtels zu denen des aus Kalkteig günstiger als bei den beiden anderen Trassen, namentlich hinsichtlich der Zugfestigkeit, was vermutlich auf die außerordentlich feine Mahlung dieses Trasses zurückzuführen ist.

Zu Frage 2: Wie aus dem Vergleich der Festigkeiten der mit verschiedenen Wasserzusätzen angemachten Mörtelmischungen und nachstehender Gegenüberstellung der Verhältniszahlen (die Festigkeit der mit normalem Wasserzusatz hergestellten Mörtelmischung = 100 gesetzt) hervorgeht, übt die Höhe des Wasserzusatzes zum Mörtel einen je nach der Art der Trasse mehr oder weniger großen Einfluß auf die Festigkeit aus.

	Wasserzusatz a		b		c	
	Zug	Druck	Zug	Druck	Zug	Druck
Nettetaler Traß	90	74	100	100	101	95
Brohler Traß	97	94	99	98	100	100
Bayerischer Traß	84	83	89	95	100	100

Wenn die Unterschiede in den Festigkeiten der mit verschiedenen Wasserzusätzen angemachten Mörtel aus Brohler und bayerischem Traß im vorliegenden Falle nicht sehr beträchtlich sind, so erklärt sich dies ohne weiteres daraus, daß die Abweichungen von dem normalen Wasserzusatz bei diesen Trassen nicht erheblich sind. Sie betragen nur $^1/_2$ bis 1%. Anscheinend wirkt ein zu geringer Wasserzusatz innerhalb gewisser Grenzen fast ungünstiger als ein zu hoher.

Digitized by Google

Auf die Bestimmung des richtigen Wasserzusatzes zu Traßnormenmörtel ist also ebenso wie bei Zement- und Kalknormenmörtel großer Wert zu legen.

Zu Frage 3: Wie aus nachstehender Gegenüberstellung der Verhältniszahlen (die Festigkeiten der Mischung aus feinem Kalkpulver = 100 gesetzt) ersichtlich ist, beeinflußt der Feinheitsgrad des Kalkpulvers die Festigkeit des Mörtels in hohem Grade, namentlich beträchtlich ist dieser Einfluß bei den Druckprobekörpern.

	Feines Kalkpulver		Grobes Kalkpulver	
	Zug	Druck	Zug	Druck
Nettetaler Traß . . .	100	100	92	62
Brohler Traß	100	100	100	66
Bayerischer Traß . .	100	100	90	74

Während hiernach die Zugfestigkeit des Mörtels aus grob gemahlenem Kalkpulver bis zu 10% Einbuße erleidet, beträgt die Verminderung der Druckfestigkeit bei den 3 Trassen 38 bzw. 32 und 26%.

Der aus diesem Befund sich ergebende günstige Einfluß der feinen Mahlung des Kalkes auf die Festigkeit ist ohne weiteres erklärlich; denn 1. vermag sich das feine Pulver infolge seiner feineren Verteilung mit einer größeren Anzahl Traßkörnchen zu verbinden als das grob gemahlene, und 2. ist das feine Pulver an sich wirksamer als das grobe, weil nur die äußersten Schichten der Kalkteilchen mit den Traßteilchen in Wechselwirkung treten, während der innere (weiche) Kern der Teilchen unwirksam bleibt.

Tafel 6. Ergebnisse der Festigkeitsversuche.

Alter der Proben: 28 Tage.

Mischung	1:1:1 in Raumteilen			1:0,8:1,5 in Gewichtsteilen											
	Kalkteig			Kalkpulver, auf 900 Maschen abgesiebt									Kalkpulver, auf 240 Masch. ges.		
	Normaler Wassergehalt			Wasserzusatz a			Wasserzusatz b			Wasserzusatz c			Wasserzusatz		
Versuch Nr.	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Verhältnis Zug/Druck	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Verhältnis Zug/Druck	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Verhältnis Zug-Druck	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Verhältnis Zug/Druck	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Verhältnis Zug/Druck
Nettetaler Traß.															
1	25,3	161		17,8	122		21,8	168		22,2	164		20,1	192	
2	22,5	174		19,9	122		21,2	171		21,7	168		18,5	103	
3	23,0	174		19,3	122		20,9	177		21,1	161		19,3	99	
4	24,7	164		19,5	132		22,3	168		21,3	161		20,2	109	
5	22,8	184		18,9	135		20,2	177		21,5	164		19,3	106	
Mittel	**23,7**	**171**	$\frac{1}{7,2}$	**19,1**	**127**	$\frac{1}{6,6}$	**21,3**	**172**	$\frac{1}{8,1}$	**21,6**	**164**	$\frac{1}{7,6}$	**19,5**	**106**	$\frac{1}{5,4}$
Brohler Traß.															
1	21,8	135		17,9	125		17,1	132		16,8	135		18,3	90	
2	20,5	132		16,2	125		16,4	128		18,2	132		17,2	80	
3	22,1	125		16,9	128		16,8	125		18,0	135		16,9	87	
4	20,6	128		16,4	122		17,5	128		16,7	128		16,1	87	
5	22,5	135		16,7	122		17,7	132		16,9	132		18,5	93	
Mittel	**21,5**	**131**	$\frac{1}{6,1}$	**16,8**	**124**	$\frac{1}{7,4}$	**17,1**	**129**	$\frac{1}{7,5}$	**17,3**	**132**	$\frac{1}{7,6}$	**17,4**	**87**	$\frac{1}{5,0}$
Bayerischer Traß.															
1	10,5	77		11,2	80		13,3	90		13,8	96		12,5	71	
2	9,5	71		12,5	80		14,1	90		15,3	96		13,2	71	
3	9,4	77		12,4	80		12,5	90		14,7	93		12,8	68	
4	8,9	74		12,9	77		12,5	90		14,2	93		13,9	68	
5	10,7	71		12,1	80		12,3	90		14,4	96		12,5	71	
Mittel	**9,8**	**74**	$\frac{1}{7,8}$	**12,2**	**79**	$\frac{1}{6,5}$	**12,9**	**90**	$\frac{1}{7,0}$	**14,5**	**95**	$\frac{1}{6,6}$	**13,0**	**70**	$\frac{1}{5,4}$

Tafel 7. Zusammenstellung der mittleren Festigkeitswerte.

Mischung	1+1+1		1+0,8+1,5							
	Kalkteig		Kalkpulver, 900 Maschen, fein						Kalkpulver, 900 Masch., fein	
	Normaler Wassergehalt		Wasserzusatz a		Wasserzusatz b		Wasserzusatz c		Normaler Wasserzusatz	
Art des Trasses	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²	Zugfestigkeit kg/cm²	Druckfestigkeit kg/cm²
Nettetaler Traß	23,7	171	19,1	127	21,3	172	21,6	164	19,5	106
Brohler Traß	21,5	131	16,8	124	17,1	129	17,3	132	17,4	87
Bayerisch. Traß	9,8	74	12,2	79	12,9	90	14,5	95	13,0	70

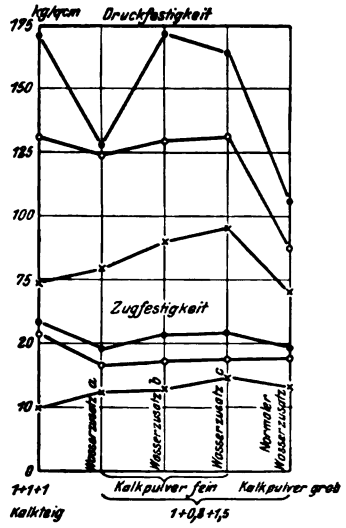


Abb. 3.

Die feine Mahlung des zur Herstellung des Normenmörtels zu verwendenden Kalkpulvers muß also auf alle Fälle beibehalten werden.

Zu Frage 4: Angesichts der vorliegenden Festigkeitsziffern, die namentlich für den rheinischen Traß nicht einmal als hoch bezeichnet werden können, sowie des sonst in der Literatur vorhandenen Zahlenmaterials kann eine Erhöhung der in den Traßnormen festgelegten Mindestfestigkeiten mit voller Berechtigung empfohlen werden.

Für rheinischen Traß könnten unbedenklich mindestens 16 kg/cm² Zugfestigkeit und 120 kg/cm² Druckfestigkeit gefordert werden.

Ob und welche höheren Anforderungen an bayerischen Traß gestellt werden können, läßt sich auf Grund des vorliegenden geringen Versuchsmaterials nicht entscheiden.

Digitized by Google

Beitrag zur Bestimmung und Auswertung der Kohlensäure im Wasser.

(Eine kritische Studie.)

Von **V. Rodt**[1].

Der Kohlensäuregehalt des Wassers ist für seine Verwendung zu Gebrauchszwecken oft von hoher Bedeutung; von ihm hängt das Angriffsvermögen des Wassers auf Bleiröhren ab[2], ein Umstand, der für die Trinkwasserversorgung wegen der Giftigkeit der Bleiverbindungen für den menschlichen Organismus von ausschlaggebender Bedeutung ist. Ferner gibt das erhöhte Lösungsvermögen kohlensäurereicher Wässer für Eisen außer zu dem Angriff der eisernen Leitungsrohre auch noch zu reichlicher Bildung von Rost und von Eisenbakterien in den so entstandenen, viel Eisen enthaltenen Wässern und dadurch zu Trübungen des Wassers und zu Verstopfungen der Leitungsröhren Veranlassung[3]. Auch Zerstörungen an Betonbauten, insbesondere an großen Wasserbehältern und Brücken, sind auf die lösende Wirkung der Kohlensäure, durch Verwandlung des kohlensauren Kalkes in lösliches Kalziumbikarbonat, zurückgeführt worden[4].

Andererseits wurde aber auch beobachtet, daß die freie Kohlensäure bei gleichzeitiger Gegenwart von großen Bikarbonatmengen im Wasser ihre Wirksamkeit zum großen Teil oder auch ganz verliert[5].

Diese auffallende Erscheinung klärte sich durch die ausgedehnten Untersuchungen von Tillmans und Heublein[6] auf. Diese fanden, daß das Kalziumbikarbonat eine gewisse Menge freier Kohlensäure erfordert, um in Lösung gehalten zu werden, und daß diese gesetzmäßig mit dem Bikarbonatgehalt des Wassers steigt. Die derartig in loser Bindung mit dem Bikarbonat befindlichen Mengen von freier Kohlensäure, die bei höherem Gehalt an Bikarbonaten steigen, können naturgemäß nicht weiter angreifend auf den kohlensauren Kalk des Baumaterials wirken. Die Versuche wurden von den beiden Forschern in der Weise ausgeführt, daß sie fein verteilten kohlensauren Kalk mit kohlensäurehaltigem Wasser bis zur Sättigung behandelten und dann das Verhältnis zwischen gebundener und freier Kohlensäure ermittelten. Es ergab sich auf diese Weise eine Schaulinie, welche die zu jedem Kalkwert zugehörige Kohlensäuremenge angibt und aus welcher man konstruktiv die noch vorhandene Kohlensäure, die angreifend wirken kann und die von ihnen „aggressive Kohlensäure" genannt wird, ermitteln kann.

Infolge dieser von Tillmans und Heublein festgestellten Tatsachen haben die Bezeichnungen: „Bikarbonatkohlensäure" und „freie Kohlensäure" von Rechts wegen ihre Realität verloren, und es wären eigentlich jetzt nur die Angaben der Gesamtkohlensäure und der den gelösten Karbonaten entsprechenden Karbonatkohlensäure berechtigt. Überdies leidet die direkte Bestimmung der freien Kohlensäure wie auch die Bestimmung der Summe der freien und halbgebundenen Kohlensäure an zahlreichen Mängeln und Unsicherheiten, die eingehend von Lunge[1], Noll[2], Tillmans[3], Trillich[4] und Winkler[5] besprochen worden sind und im einzelnen hier nicht angeführt werden sollen. Es mag nur bemerkt sein, daß für die Bestimmung der freien Kohlensäure von Winkler[6] eine Korrektionstabelle für die verschiedenen Härtegrade der Wässer und für die Bestimmung der Summe der freien und halbgebundenen Kohlensäure, von Trillich[7] eine Korrektionstabelle für den Magnesiagehalt des Wassers zur Vermeidung dieser zwei Fehlerquellen aufgestellt worden sind; diese Korrektionen zwingen aber dann auch zu weiteren Untersuchungen und machen die Methoden umständlich.

Bestimmung der Karbonatkohlensäure.

Um sich von dem Einfluß der freiwerdenden Kohlensäure bei der Titration mit Methylorange ein Bild ihres Einflusses auf das Resultat zu machen, wurden folgende Versuche angestellt.

100 ccm Kalkwasser verbrauchten 45,5 ccm $^1/_{10}$-HCl. Nach Einleiten von wenig CO_2 wurde die Lösung gelb, verbrauchte aber zur Rötung nur 0,1 ccm weiteren Zusatz der $^1/_{10}$-n-Säure. Wurde in die gleichen 100 ccm Kalkwasser vor der Titration Kohlensäure eingeleitet,

---

[1] Original: Zement 14, Nr. 10, S. 206/9, Nr. 11, S. 249 bis 253. 1925.

[2] Heyer: Ursache und Beseitigung des Bleiangriffs durch Leitungswasser. Dessau: Verlag P. Baumann. Klut: Mitt. d. Königl. Prüf.-Anst. für Wasserversorgung Nr. 13, S. 121. 1910; Klut: Journ. f. Gasbel. Nr. 54, S. 17. 1911.

[3] Klut: Gesundhtsing. Nr. 30, S. 517, 574. 1907; Scheelhaase: Journ. f. Gasbel. Nr. 52, S. 38. 1909; Klut: Mitt. d. Königl. Prüf.-Anst. f. Wasserversorgung Nr. 13, S. 121. 1910.

[4] Schiffner: Prot. d. V. D. P.-Zementfabr. 1898 und folgende Jahrgänge; Schott: Tonind.-Zg. Nr. 21, S. 413. 1897; Wehner: Sauerkeit der Gebrauchswässer; Rohm, Frankfurt a. M. 1904; Scheelhaase: Maßnahmen gegen die aggressiven Eigenschaften des Grundwassers, Dt. Bauzg. 1908, Nr. 24; Desgl.: Die Entsäuerung des Frankfurter Stadtwaldwassers, Journ. f. Gasbel. Nr. 52, S. 38. 1909; Tillmans: Über den schädlichen Einfluß von Moorboden und Moorbodengrundwasser auf Beton, Gesundhtsing. 1911, Nr. 9; Rodt: Zement Nr. 3, S. 475. 1914.

[5] Heyse, Ohlmüller und Auerbach: Untersuchung über die Beschaffenheit des zur Versorgung von der Stadt Dessau benutzten Wassers. Kaiserl. Gesundheitsamt Bd. 23, H. 2. 1906.

[6] Tillmans und Heublein: Über die kohlensauren Kalk angreifende Kohlensäure der natürlichen Wässer, Gesundhtsing. Nr. 35, S. 669. 1912; Auerbach: Gesundhtsing. Nr. 35, S. 869. 1912; Büchner: Bayr. Ind.- u. Gewerbeblatt Nr. 101, S. 143. 1915.

[1] Lunge: Chem.-techn. Untersuchungsmethoden, 4. Aufl., I. Bd., S. 743.

[2] Noll: Gesundhtsing. Nr. 31. 1908; Z. angew. Chem. Nr. 25, S. 998.1912; Nr. 26, S. 85. 1913; Nr. 21, S. 640. 1908.

[3] Tillmans und Heublein, Z. Nahr.- u. Genußm. Nr. 20, S. 617. 1910.

[4] Trillich: Die Münchener Hochquellenleitung. München: Rieger 1890; Emmerich und Trillich: Anleitung zur hygienischen Wasseruntersuchung, 2. Aufl., S. 116.

[5] Winkler: Z. anal. Chem. Nr. 42, S. 735. 1903; desgl. Nr. 53, S. 746. 1914.

[6] Winkler: Z. anal. Chem. Nr. 42, S. 735. 1903; desgl. Nr. 53, S. 746. 1914.

[7] Trillich: Z. angew. Chem. Nr. 3, S. 337. 1889.

Digitized by Google

bis sich der Kalk wieder als Bikarbonat gelöst hatte, und wurde dann titriert, so ergab sich ein Verbrauch von 44,1 ccm der $^1/_{10}$-HCl. Die Lösung wurde nach der Titration erhitzt und längere Zeit ($^1/_4$ St.) gekocht und ergab dann noch einen Verbrauch von 1,25 ccm $^1/_{10}$-HCl, so daß sich auf diese Weise der Gesamtverbrauch auf 45,3 ccm stellte gegen die mit dem ursprünglichen Kalkwasser erhaltenen 45,5 ccm.

Ferner wurde 0,1879 g geglühtes Magnesiumoxyd in Wasser, in welches CO_2 eingeleitet wurde, gelöst und titriert, wobei 90,09 ccm $^1/_{10}$-HCl verbraucht wurden (dies würde 0,1815 g Magnesiumoxyd entsprechen). Dann wurde die Kohlensäure durch Kochen entfernt. Dadurch hatte sich die Flüssigkeit wieder gelb gefärbt. Sie erforderte jetzt bis zum auftretenden Farbenumschlag des Methylorange noch einen Zusatz von 0,75 ccm $^1/_{10}$-n-Säure — entsprechend 1,5 mg MgO.

Es wurden weiter noch folgende Versuche ausgeführt. Die Titration von Kalkwasser ergab:

Kalkwasser ccm	titr. $^1/_{10}$ n-Säure ccm	daher auf 50% Kalkwasser ccm $^1/_{10}$-Säure
10,0	4,4	22,0
20,0	8,9	22,25
40,0	17,7	22,12
		Mittel 22,19 ccm

Nun wurden von 2 Beobachtern unabhängig je 50 ccm des Kalkwassers titriert. Es erhielt

Beobachter A. auf 50 ccm Kalkwasser einen Verbrauch von 22,75 ccm $^1/_{10}$-Säure.

Beobachter B. auf 50 ccm Kalkwasser einen Verbrauch von 22,23 ccm.

Nach dem Behandeln von 50 ccm Kalkwasser mit überschüssiger Kohlensäure und Titration der klaren Lösung erhielt

Beobachter A. 21,7 ccm,

Beobachter B. 21,75 ccm.

Nachdem die Lösung nun $^1/_4$ St. ausgekocht worden war, um die Kohlensäure zu vertreiben, wurde bei der Titration, nach dem Abkühlen der Flüssigkeit, noch verbraucht von

Beobachter A. 0,4 ccm,

Beobachter B. 0,5 ccm,

so daß insgesamt verbraucht wurde:

von Beobachter A. 22,1 ccm,

von Beobachter B. 22,25 ccm.

Aus diesen Versuchen geht deutlich hervor, daß Methylorange gegen Kohlensäure nicht vollkommen unempfindlich ist und daß der richtige Säureverbrauch erst nach Auskochen der Kohlensäure erhalten wird. Die Bestimmung der Karbonatkohlensäure auf Grund der Ermittlung der Alkalität durch Titration mit Säure, unter Anwendung von Methylorange als Indikator, liefert sichere Werte, jedoch nur unter der Bedingung, daß bei der Titration die freie Kohlensäure aus der Flüssigkeit durch Kochen entfernt wird. Wenn erhebliche Mengen schwacher organischer Säuren oder Salze zugegen sind, die bekanntlich auf Methylorange alkalisch reagieren, wie solche gelegentlich bei Moorwässern infolge ihres Gehaltes an humussauren Salzen auftreten, muß, wie auch bereits Tillmans[1] erwähnt hat, eine Modifikation dieser einfachen Methode vorgenommen werden.

Bestimmung der Gesamtkohlensäure.

Die Methoden zur Bestimmung der Gesamtkohlensäure beruhen zumeist auf einer Fällung der Kohlensäure mit Kalkhydrat oder Barythydrat. Die gefällte Menge der Karbonate ist vorgeschlagen worden nach folgenden Methoden zu ermitteln:

A. Der abfiltrierte Niederschlag wird mit Salzsäure zersetzt und die entweichende Kohlensäure zur Wägung gebracht.

B. Im abfiltrierten Niederschlag wird der Kalk bestimmt und daraus die Kohlensäure ermittelt.

C. Der abfiltrierte Niederschlag wird in Salzsäure gelöst und nach dem Abdampfen der überschüssigen Salzsäure, das Chlor nach der Methode von Mohr titriert und auf Kohlensäure umgerechnet.

D. Nach der Fällung wird der abfiltrierte kohlensaure Kalk ohne Filtration mit einer bekannten Menge gestellter Salzsäure im Überschuß versetzt, bis sich alles gelöst hat und dann die nichtverbrauchte Salzsäure unter Anwendung von Methylorange als Indikator zurücktitriert.

E. Die Fällung erfolgt mit einer gemessenen Menge Kalkwasser oder Barytwasser. Nach dem Absitzenlassen des Niederschlags wird ein Teil der klaren Flüssigkeit mit Säure zurücktitriert. Aus dem bekannten ursprünglichen Zusatz an Kalk- oder Barythydrat und dem durch die Rücktitration festgestellten nichtverbrauchten Teile desselben ergibt sich die Summe von Bikarbonat- und freier Kohlensäure, wenn man die durch direkte Titration ermittelte Karbonatkohlensäure hinzuaddiert (Trillichsche Methode).

Die Einwände, welche gegen diese Methoden, besonders von Tillmans[1], vorgebracht wurden, beziehen sich darauf, daß bei einer Filtration (Methode A, B, C) das Filter einesteils Kalk- oder Barythydrat zurückhält, andernteils kohlensaurer Kalk oder kohlensaurer Baryt durch die im destillierten Wasser oft gelöst enthaltene Kohlensäure beim Auswaschen des Niederschlags teilweise gelöst werden. Ferner wird auf den Fehler, der durch die Löslichkeit des kohlensauren Kalkes in reinem Wasser entsteht (16 mg im Liter), hingewiesen und daher dem Barythydrat für die Fällung der Vorzug gegeben. Auch reißt das ausfallende Karbonat wechselnde Mengen Kalk- oder Barythydrat mit nieder, wodurch die Methoden mit Rücktitration ohne Filtration (E) fehlerhaft werden[2]. Durch die Fällungsmittel werden nicht nur die Bikarbonate, sondern auch Eisen und Mangan ausgefällt. Die Magnesia wird — sowohl aus ihren Salzen wie aus ihrer Bikarbonatverbindung — als $Mg(OH)_2$ gefällt, was bei den Methoden mit Rücktitration (Methode D, E) ebenfalls Fehler verursachen muß[3].

Der Fehler, der durch die Magnesiasalze entsteht, ist, wie bereits oben erwähnt wurde, durch Trillich[4], sofern man den Magnesiagehalt des Wassers kennt, dadurch beseitigt worden, daß er für jedes Milligramm MgO

[1] Tillmans: Journ. f. Gasbel. Nr. 56, S. 348 u. 351. 1913.

[2] Tillmans und Heublein: Z. Nahr.- u. Genußm. Nr. 33, S. 287. 1917.

[3] Bruhns: Z. anal. Chem. Nr. 45, S. 473. 1906; Guth: Gesundhtsing. Nr. 31. 1903.

[4] Trillich: Z. angew. Chem. Nr. 3, S. 337. 1889.

Digitized by Google

1,1 mg CO_2 von dem gefundenen Werte der Gesamtkohlensäure in Abzug bringt.

Um sich von allen Fehlerquellen bei der Bestimmung der Gesamtkohlensäure frei zu machen, hat daher Winkler[1] einen Apparat zusammengestellt, in welchem das Wasser mit Salzsäure unter Zusatz von Zink behandelt wird. Die Kohlensäure wird hier durch den sich entwickelnden Wasserstoff, ohne daß das Wasser dabei erhitzt werden muß, ausgetrieben und in einem Absorptionsapparate zur Wägung gebracht. Die Methode hat bei der Nachprüfung, wie Tillmans[2] berichtet, richtige Resultate gegeben und wird von ihm zur Bestimmung der Gesamtkohlensäure empfohlen.

Die Einwände von Tillmans gegen die Bestimmung der Gesamtkohlensäure durch Fällung mit Barythydrat und darauffolgende Wägung der Kohlensäure — nach Zersetzung des Bariumkarbonates mit Salzsäure — in einem Kaliapparate, welche sich darauf beziehen, daß die Filtration des Bariumkarbonates die verschiedensten Fehlerquellen (s. oben) in sich schließt, können jedoch leicht dadurch umgangen werden, daß man nach erfolgter Fällung des Bariumkarbonates und Absetzenlassen des Niederschlags die klare überstehende Flüssigkeit bis auf einen kleinen Rest, der über dem Niederschlage im Kolben zurückbleibt, abhebern kann, und die Zersetzung des Bariumkarbonates ohne Filtration in dem Fällungskolben mit überschüssiger verdünnter Salzsäure nach Anschluß desselben an die Absorptionsapparatur vornehmen kann. Bei dieser Arbeitsweise kann als Fehler nur die gelöste Menge Bariumkarbonat in der abgeheberten überstehenden Flüssigkeitsmenge in Betracht kommen. Dieser Fehler ist jedoch außerordentlich klein; denn die Löslichkeit des Bariumkarbonates bei Zimmertemperatur (16° C) beträgt nach den Tabellen von Landolt-Börnstein angenähert $2 \cdot 10^{-3}$ g in 100 ccm. Bei Verwendung von $^1/_2$ l Flüssigkeit (450 ccm Wasser und 50 ccm Barytwasser) könnte sich daher für die abgeheberte Menge 10 mg Bariumkarbonat infolge der Löslichkeit des Bariumkarbonates ergeben. Dem entspräche, auf 1 l Wasser bezogen, ein Betrag von 4 mg Kohlensäure. Infolge der Gegenwart des überschüssigen Barytwassers wird jedoch die Löslichkeit des Bariumkarbonates noch herabgedrückt, und der Verlust an Kohlensäure aus diesem Grunde ist daher noch wesentlich geringer.

Den Nachweis, daß die alte Pettenkofersche Methode der Bestimmung der freien und halbgebundenen Kohlensäure durch Rücktitration des Überschusses des zugesetzten Barytwassers[3] zu unrichtigen Ergebnissen führt, haben Tillmans und Heublein[4] in neuerer Zeit durch mehrere Versuchsreihen dargetan. Sie haben gezeigt, daß bei der Fällung von wässerigen Kohlensäurelösungen sowie bei der Fällung von Alkalibikarbonatlösungen mit überschüssigem Barytwasser, wenn der Überschuß des letzteren durch Rücktitration bestimmt wird, desto höhere Werte an Kohlensäure gefunden werden, je größer der anfangs zugesetzte Überschuß an Barythydratlösung genommen wird. Eine Mischung von Bikarbonaten des Kalkes und der Magnesia haben sie nur in einem Versuch angewendet. Ebenso gelangte bei ihnen Kalkhydrat als Fällungsmittel nicht zur Anwendung.

Die Versuche von Tillmans und Heublein sollen daher im folgenden noch durch Versuche über Fällungen eines gewöhnlichen Leitungswassers mit wechselnden Mengen von Barythydrat und auch von Kalkhydrat ergänzt werden.

Wenn die Pettenkofersche Methode in Fortfall kommt, bleibt zur Charakterisierung der Kohlensäure im Wasser außer der Bestimmung der Karbonatkohlensäure — durch die direkte Titration der Alkalität des Wassers — nur die Möglichkeit, entweder noch die Gesamtkohlensäure, welche die freie Kohlensäure in sich begreift, oder die freie Kohlensäure zu bestimmen. Für die letztere ist von Tillmans und Heublein eine bestimmte Ausführungsform der Trillichschen Methode ausgearbeitet worden[1]:

„Man füllt einen 200-ccm-Meßkolben, der am Halse über der Marke eine bauchige Erweiterung hat, mittels eines bis auf den Boden reichenden Schlauches mit dem zu untersuchenden Wasser. Darauf wird mit einer Pipette 1 ccm einer Phenolphthaleinlösung zugesetzt, welche 0,375 g Phenolphthalein im Liter enthält. Man titriert nun mit $^1/_{10}$-n-Natronlauge, indem man nach jedesmaligem Zusatz einen Korkstopfen aufsetzt und durch öfteres Umkehren des Kolbens mischt. Das Ende der Titration ist erreicht, wenn eine „eben deutlich sichtbare Rosafärbung" eintritt, die 5 Min. bestehen bleibt. Bei einem zweiten Versuch gibt man dann die Hauptmenge der Lauge auf einmal zu und titriert dann erst wie angegeben zu Ende. Hat das Wasser am Schlusse der Titration mehr als 440 mg Bikarbonatkohlensäure (220 mg gebundene Kohlensäure = 28° Karbonathärte) oder tritt während der Titration eine Trübung unter Entfärbung des Phenolphthaleins auf, so muß vorher verdünnt werden."

Zu den an erster Stelle von Tillmans gemachten Angaben, daß durch das ausfallende Kalziumkarbonat Ätzbaryt mitgerissen wird, wurden noch einige orientierende Versuche mit einem natürlichen Wasser ausgeführt und dabei außer dem von Tillmans zur Fällung angewendeten Ätzbaryt auch noch Ätzkalk angewendet, da das Verhalten dieses in bezug auf die Wasserreinigung besonderes Interesse hat, bei welcher Ätzkalk verwendet wird.

Kohlensäurebestimmung durch Rücktitration (nach Pettenkofer-Trillich).

Zu den Versuchen wurde Leitungswasser mit einem Gehalt von 102,4 mg/l CaO und 10,6 mg/l MgO verwendet. In einem geeichten $^1/_2$-l-Kolben wurden steigende Mengen einesteils halbgesättigten Barytwassers, andern-

[1] Winkler: Z. anal. Chem. Nr. 42, S. 735. 1903.

[2] Tillmans und Heublein: Z. Nahr.- u. Genußm. Nr. 20, S. 617. 1910.

[3] Lunge: Chem.-techn. Untersuchungsmethoden, 4. Aufl., I. Bd., S. 744.

[4] Tillmans und Heublein: Z. Nahr.- u. Genußm. Nr. 33, S. 291. 1917.

[1] Ebenda Seite 299. Zu der Anwendung von Phenolphthalein als Indikator für die Kohlensäurebestimmung gelangt auch Kolthoff (Z. f. anorg. Chem. Bd. 100, S. 143, 1917) auf Grund seiner Ergebnisse eines ausgedehnten theoretischen und praktischen Studiums der Indikatoren.

Digitized by Google

teils gesättigten Kalkwassers eingebracht und dann der Kolben mittels eines bis an die Oberfläche der Flüssigkeit reichenden Heberrohres aus einer Sammelflasche mit dem Leitungswasser zur Marke aufgefüllt und gut durchgeschüttelt. Nach etwa 18stündigem Absetzen des Niederschlags wurden 200 ccm der überstehenden klaren Flüssigkeit mit $^1/_{10}$-n-Salzsäure unter Anwendung von Methylorange als Indikator zurücktitriert. Unter Berücksichtigung des Magnesiagehalts des Wassers ergaben sich die in Tab. 1 zusammengestellten Werte.

Tabelle 1.

Wasser ccm	Fällungsmittel ccm	Verbrauch[1] an Fällungsmitteln, ausgedrückt in ccm $^1/_{10}$ n-Säure	Freie + halbgeb. CO_2 mg/l	Freie + halbgeb. CO_2 mg/l unter Berücksichtigung des MgO	Bemerkung
475	25 Ba $(OH)_2$	15,6	72	60	Das Wasser enthält 10,6 mg/l MgO, wofür nach Trillich 10,6 · 1,1 = 11,7 mg CO_2 bei der Titration abzuziehen sind. (Z. angew. Chem. 3, S. 337. 1889).
	$^1/_2$ ges.	15,4	71	59	
450	50 Ba $(OH)_2$	18,0	88	76	
	$^1/_2$ ges.	18,25	89	77	
400	100 Ba $(OH)_2$	17,0	93	81	
	$^1/_2$ ges.	17,0	93	81	
450	50 Ca $(OH)_2$	13,15	64	52	
	ges.	13,15	64	52	
400	100 Ca $(OH)_2$	14,3	79	67	
	ges.	13,8	76	65	

Diese ergänzenden Versuche stehen mit den Ergebnissen Tillmans und Heubleins in völligem Einklang und zeigen außerdem, daß das dort vom Barythydrat Gesagte auch in gleicher Weise für Kalkhydrat gilt, wenn auch die Differenzen bei Erhöhung des Kalkhydratzusatzes nicht so groß werden können wie bei Barythydrat, weil infolge der schwereren Löslichkeit des ersteren so hohe Zusätze wie bei Barythydrat nicht möglich sind.

Die Methoden der Bestimmung der Gesamtkohlensäure, die auf Zusatz eines gemessenen Überschusses der Hydroxyde der alkalischen Erden und Rücktitration des Überschusses fußen, sind daher zu verwerfen.

Vergleichende Versuche über die aus der Gesamtkohlensäure und Karbonatkohlensäure sich ergebenden Werte für die freie Kohlensäure, verglichen mit den nach der Methode von Tillmans und Heublein erhaltenen Werten.

Unter Berücksichtigung des bereits oben Ausgeführten bezüglich der Fehler bei der Bestimmung der Gesamtkohlensäure durch Fällung mit Barythydrat als Bariumkarbonat erscheint diese Methode bei Umgehung der Filtration zuverlässig. Aus den auf solche Weise sich ergebenden Werten für die Gesamtkohlensäure und den als zuverlässig befundenen Werten für die Karbonatkohlensäure durch Titration der Alkalität der Wässer unter Anwendung von Methylorange als Indikator, wobei die Kohlensäure vor der Endtitration auszukochen ist, müßte sich durch Differenzbildung auch die freie Kohlensäure ergeben, sofern wir diese als den Überschuß über die Bikarbonatkohlensäure bezeichnen.

[1] Bezogen auf die jeweils bei dem Versuch angewendete Wassermenge.

In destilliertem Wasser von verschiedenem Gehalt an freier Kohlensäure, die dem Wasser durch Einleiten einverleibt war, wurde die gewünschte Menge Kalkhydratwasser eingegossen. Enthielt die Lösung einer Vortitration noch zuviel freie Kohlensäure, so wurde ein Teil entfernt, indem durch die Lösung ein Luftstrom durchgeblasen wurde; auch wurden Naturwässer angewendet, denen zum Teil auch noch wechselnde Mengen freier Kohlensäure durch Einleiten der letzteren einverleibt wurden.

Von den so gewonnenen Lösungen wurden gleichzeitig Proben zur Bestimmung der freien Kohlensäure nach der von Tillmans und Heublein (s. oben) angegebenen Methode und zur Bestimmung der Gesamtkohlensäure auf gewichtsanalytischem Wege abgenommen. In letzterem Falle ergab sich die freie Kohlensäure aus diesem letzteren Werte nach Abzug der titrimetrisch gefundenen Karbonatkohlensäure.

Die gewichtsanalytische Bestimmung der Gesamtkohlensäure wurde folgendermaßen ausgeführt:

In einem $^1/_2$-l-Meßkolben *A* (siehe Abb. 1) wurden 50 ccm halbgesättigter Bariumhydroxydlösung aus einer Pipette einfließen gelassen und dann das fragliche kohlensäurehaltige Wasser durch einen Heber, dessen längerer Schenkel bis an die Flüssigkeitsoberfläche reichte, zur Marke aufgefüllt. Der Kolben wurde dann gut durchgeschüttelt, auf Wasserbadwärme erhitzt und bis zum

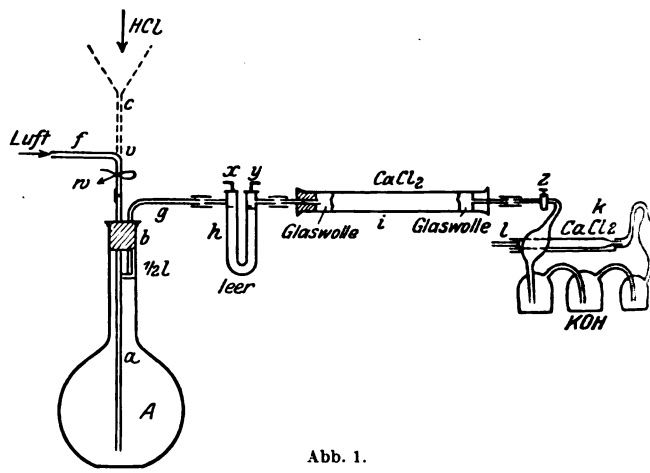


Abb. 1.

nächsten Tage (etwa 18 St.) absitzen gelassen; darauf wurde die klare Flüssigkeit über dem Niederschlag bis auf einen kleinen Rest abgehebert.

Auf den Kolben *A* mit dem gefällten Karbonat wurde ein doppelt durchbohrter Kautschukstopfen *b* aufgesetzt, durch dessen eine Bohrung ein Glasrohr *a* bis an den Boden des Kolbens führte. An seinem oberen Ende war durch ein mit Quetschhahn versehenes Schlauchstück auswechselbar, ein Glastrichter *c* und ein knieförmig gebogenes Glasrohr *f* anschließbar. Durch die zweite Bohrung des Stopfens war ein knapp unter dem Stopfen endigendes rechtwinklig gebogenes Glasrohr *g* durch-

Digitized by Google

gezogen, an welches sich ein leeres U-förmiges Trockenrohr *h* anschloß zur Kondensation des dampfförmig übergehenden Wassers bestimmt, dann eine mit entwässertem Chlorkalzium beschickte 30 cm lange Glasröhre *i*, zur völligen Trocknung des Gasstromes bestimmt und schließlich der dreikuglige Kaliapparat *k* mit angebautem Chlorkalziumtrockenröhrchen *l*.

Die Bestimmung der Gesamtkohlensäure erfolgte nun folgendermaßen:

Bei geöffneten Hähnen *x*, *y*, *z* wurde bei *v* ein Trichterrohr (oder besser ein kleiner Scheidetrichter) aufgesetzt und durch Aufgießen von 8 proz. Salzsäure in den Trichter und langsames Öffnen des Quetschhahnes allmählich das Bariumkarbonat zersetzt, wobei die entwickelte Kohlensäure in den Absorptionsapparat übergeführt wurde. Sobald die Säure zugesetzt war und die CO_2-Entwicklung nachgelassen hatte, wurde der Quetschhahn *w* geschlossen und der aufgesetzte Trichter durch ein Glasröhrchen *r* ersetzt, durch welches kohlensäurefreie Luft durch den Apparat geleitet wurde, um die letzten Anteile von Kohlensäure in den Kaliapparat überzuführen. Durch nochmaligen Anschluß des Kohlensäureapparates nach der ersten Wägung ergab sich die vollständige Überführung der Kohlensäure in die Absorptionsvorrichtung.

In Tab. 2 sind die nach den beiden angeführten Bestimmungsmethoden gefundenen Kohlensäurewerte zusammengestellt: Gesamtkohlensäure, Karbonatkohlensäure (Doppelwert in Tab. 2) und freie Kohlensäure, letztere aus der Differenz der Gesamtkohlensäure und der Bikarbonatkohlensäure berechnet und auch nach der Methode von Tillmans und Heublein direkt bestimmt. Die Untersuchungen wurden in Bikarbonatlösungen von Kalk, in künstlich hergestelltem Wasser und in natürlich vorkommendem Wasser vorgenommen; den Proben wurde zum Teil noch freie Kohlensäure zugesetzt. In Kolonne *e* sind die nach der Methode von Tillmans und Heublein sich ergebenden Mehrbeträge über die aus der Differenzmethode sich ergebenden Werte verzeichnet. Schließlich sind in der Abb. 2 die nach beiden Methoden gefundenen Werte für die freie Kohlensäure durch Schaulinien dargestellt.

Tabelle 2.

Versuchslösung	a Gesamt-CO_2 mg/l	b 2 · Karbonat CO_2 mg/l	c Freie CO_2 berechnet c = a bis b mg/l	d Freie CO_2 nach Tillmans u. Heublein mg/l	e Mehrbetrag nach Tillmans u. Heublein d—c
Kalziumbikarbonat	668	246	422	442	+ 20
Desgl.	582	443	139	172	+ 33
Desgl.	575	442	133	172	+ 40
Desgl.	510	473	37	54	+ 17
Desgl.	510	473	37	54	+ 17
Desgl.	482	246	236	250	+ 14
Desgl.	232	198	34	50	+ 16
Desgl.	225	198	27	50	+ 23
Künstliches Wasser					
CaO = 99 MgO = 62 SO_3 = ∅ Cl = ∅	285	123	39	45	+ 6
Desgl.	266	123	20	38	+ 18
Naturwasser					
CaO = 178 MgO = 19 SO_3 = 155 Cl = 15	164	75	14	26	+ 12
Desgl.					
CaO = 291 MgO = 38 SO_3 = 39 Cl = ∅	659	333	93	114	+ 21
	377	155	17	37	+ 20
	333	156	21	35	+ 14
				im Mittel =	19 mg

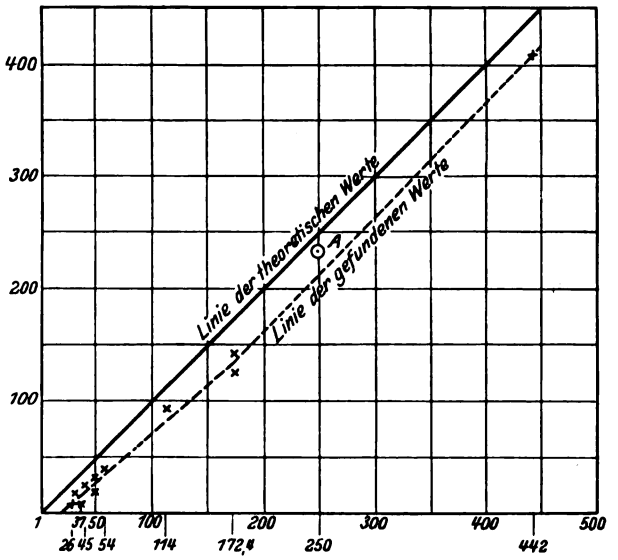


Abb. 2.
– – – gefundene Werte nach Tillmans.

Die Versuche ergaben demnach, daß die durch direkte Titration nach Tillmans und Heublein ermittelten Werte für die freie Kohlensäure sämtlich höher lagen als die sich aus der Gesamtkohlensäure ergebenden, und zwar liegen sie im Mittel aller Versuche um 19 mg höher (bezogen auf 1 l Wasser).

Nun sagt Tillmans von der Methode der Gesamtkohlensäurebestimmung: „Diese Methoden sind wenig empfehlenswert und liefern nach unserer Beobachtung ungünstige und ungenaue Resultate[1].“ Auch findet sich in dem Handbuch von Tiemann und Gärtner[2] die Angabe, daß die Bestimmung der Gesamtkohlensäure durch Zersetzung der gefällten Karbonate einen zu niedrigen Wert gibt, den sie bei Anwendung von Kalkhydrat als Fällungsmittel auf etwa 10 mg annehmen, wie aus den angegebenen Korrektionszahlen hervorgeht. Der Fehler wird hauptsächlich der Löslichkeit des Kalziumkarbonates in Ätzkalklösung zugeschrieben.

Es war daher festzustellen, wieweit sich diese Angaben für vorliegendes Arbeitsverfahren bei Fällung der Kohlensäure als Bariumkarbonat bewahrheiten.

Zu diesem Behufe wurde reiner kohlensaurer Kalk, der in Form von zerkleinertem Marmor abgewogen wurde, in eine bei den Versuchen gewöhnlich vorhandene Menge destillierten Wassers in den $^1/_2$-l-Kolben *A* unseres

[1] Tillmans: Journ. f. Gasbel. Nr. 56, S. 349. 1913.
[2] Tiemann-Gärtner: Handbuch der Untersuchung und Beurteilung der Wässer, 4. Aufl., S. 247. 1895.

Digitized by Google

Apparates gebracht und die darin enthaltene Kohlensäure wie oben bestimmt.

Auf diese Weise wurden die folgenden Werte gefunden:

Tabelle 3.

Einwage (Marmor)	Gewogene Kohlensäure	Theoretische Kohlensäure	Fehler
	mg	mg	mg
0,1153	49,6	50,7	— 1,1
0,2055	90,8	90,4	— 0,4
0,3215	140,1	141,5	— 1,4
0,5000	219,5	220,0	— 0,5

Differenzen in den Wägungen — 0,4 bis — 1,4 mg.

Da bei den früheren Untersuchungen 450 ccm Wasser zur Untersuchung angewendet wurden, würde sich auf diese Weise nur ein Fehler von — 1,0 mg bis — 3,1 mg. auf 1 l Wasser berechnet, ergeben.

Es war deshalb nicht anzunehmen, daß auf der Bestimmung der Gesamtkohlensäure an sich die Differenz in dem Ergebnis für die freie Kohlensäure begründet sein sollte. Nach diesem Ergebnis erschien es auch nicht angeraten, auf die Bestimmung der Gesamtkohlensäure nach Winkler[1] überzugehen der die Kohlensäure bekanntlich aus dem ursprünglich zur Untersuchung entnommenen Wasservolumen durch aus Zink und Salzsäure entwickelten Wasserstoff ohne weitere Erhitzung in den Absorptionsapparat übertreibt, wozu er eine besondere Apparatur angibt.

Es erübrigte sich demnach, noch die direkte Bestimmung der freien Kohlensäure näher zu studieren, die nach dem Befunde scheinbar einen zu hohen Wert ergab.

Die Beobachtung bei der Titration der freien Kohlensäure nach Tillmans-Heublein[2] lehrt, daß der Übergang in die rote Phenolphthaleinfärbung durchaus nicht sehr scharf ist. Die Autoren der Methode geben an, es solle auf deutliche Rotfärbung titriert werden, die 5 Min. bestehenbleibt.

Titration der freien Kohlensäure.

Zur Prüfung des Einflusses der Indikatorfärbung bei dieser Bestimmung der freien Kohlensäure wurden einem Naturwasser, das rund 100 mg Kalk und 15 mg Magnesia im Liter enthielt, durch Einleiten reiner mit Wasser gewaschener Kohlensäure verschiedene Mengen dieser einverleibt. Hierauf wurden die Titrationen so ausgeführt, daß zuerst auf eben sichtbare 5 Min. beständige Rotfärbung titriert wurde — d. h so weit, daß die Reflexe im Kolben schwach rosa erscheinen — und dann weiter noch soviel $^1/_{10}$-n-Natronlauge zugesetzt wurde, daß die ganze Flüssigkeit im Kolben deutlich rote Phenolphthaleinfärbung hatte.

Es ergibt sich demnach den Versuchen gemäß, daß man bei der üblichen Anwendung von 200 ccm Wasser durch Titration auf deutliche Rotfärbung bei der Umrechnung auf 1 l Wasser einen um etwa 10 mg Kohlensäure höheren Wert erhält, als wenn man auf die erste eben wahrnehmbare Rotfärbung titriert; in letzterem Falle liegen die Literwerte für die freie Kohlensäure dann

[1] Winkler: Z. anal. Chem. Nr. 42, S. 735. 1903.

[2] l. c.

Tabelle 4.

Titration der freien Kohlensäure nach Tillmans-Heublein.

Angewendete Menge Wasser = 200 ccm.

A erste Rosafärbung in den Reflexen 5 Min. beständig		B deutliche Rotfärbung durch die Flüssigkeit		Differenz B—A
a	b mg freie CO_2	a	b mg freie CO_2	
ccm	m 1 l	ccm	m 1 l	mg auf 1 l
0,8	18	1,1	24	+ 6
1,5	33	1,8	40	+ 7
2,1	46	2,6	57	+ 11
2,2	48	2,7	59	+ 11
3,5	77	4,0	88	+ 10
4,4	97	4,8	105	+ 8
6,0	132	6,45	142	+ 10
8,4	185	8,9	196	+ 11
12,1	266	12,6	278	+ 12
27,5	605	28,0	615	+ 10

Mittel = $^{96}/_{10}$ = 9.6 mg

etwa 10 mg höher als die aus der Gesamtkohlensäure ermittelten.

Berücksichtigt man jedoch, daß nach dem früher Ausgeführten die Werte für die Gesamtkohlensäure infolge der Löslichkeit des Bariumkarbonates um etwa 4 mg CO_2 auf 1 l höher liegen müssen und die Werte für die freie Kohlensäure nach diesen Beobachtungen bei der direkten Titration auf die erste schwache eben wahrnehmbare Rotfärbung um etwa 10 mg CO_2 pro Liter tiefer liegen, so fällt die in Tab. 2 gefundene Differenz von 19 mg um 15 mg CO_2 pro Liter herab, und es ergibt sich dann nur eine Durchschnittsdifferenz von etwa 4 mg CO_2 pro Liter für die nach den beiden Methoden ermittelten Werte für die freie Kohlensäure.

Von diesem Standpunkte gesehen können die beiden Bestimmungsverfahren bei Anwendung auf üblicherweise nicht stark verunreinigte Grund- und Trinkwässer als brauchbar und übereinstimmend angesehen werden.

Es kommt aber bei manchen natürlichen Wässern noch eine andere bedeutungsvolle Fehlerquelle[1] in Betracht, welche die besprochene Differenz weit überwiegen kann, nämlich ihr Gehalt an schwachen organischen Säuren und an Salzen solcher Säuren; dies trifft vielfach bei Moorwässern zu. Es sollen einige Untersuchungen solcher Wässer herausgegriffen werden, an denen sich das Gesagte besonders deutlich zeigt.

Tabelle 5.

Probe Nr.	a Gesamt-CO_2	b Karbonat-CO_2	c Freie CO_2 berechnet	d Freie CO_2 (n. Tillmans) direkt bestimmt	Differenz d—c
1	197	95	7	40	+ 33
2	93	73	0	120	+ 120
3	106	88	0	69	+ 69
4	659	333	0	114	+ 114

Die freien organischen Säuren erhöhen den Verbrauch an Natronlauge bei der direkten Ermittlung der freien Kohlensäure und täuschen dadurch einen höheren Gehalt an freier Kohlensäure vor. Käme nur dieser Umstand in Betracht, so könnte man durch die Differenz

[1] V. Rodt: Chem. Zg. 44, H. 76. 1920.

Digitized by Google

aus Gesamtkohlensäure und dem Doppelwert der Karbonatkohlensäure die tatsächlich vorhandene freie Kohlensäure erfahren, und der bei der direkten Bestimmung der freien Kohlensäure nach Tillmans gefundene Überschuß würde dem Gehalt an freier organischer Säure entsprechen[1]. Wie aber aus den Untersuchungen 2, 3, 4 (Tab. 5) der Moorwasserproben schon deutlich hervorgeht, in welchen die Bikarbonatkohlensäure einen höheren Wert als die Gesamtkohlensäure ergab, ist das nicht möglich. Bei der Bestimmung der Karbonatkohlensäure werden gerade wie die an die schwache Kohlensäure gebundenen Basen auch die an die schwachen organischen Säuren gebundenen Basen (also die organischen Salze) mittitriert, gegen welche der verwendete Indikator Methylorange ebensowenig empfindlich ist wie gegen Kohlensäure.

Eine Methode zur direkten Bestimmung dieser organischen Säuren und Salze ist nicht bekannt und läßt sich auch außerordentlich schwer durchführen.

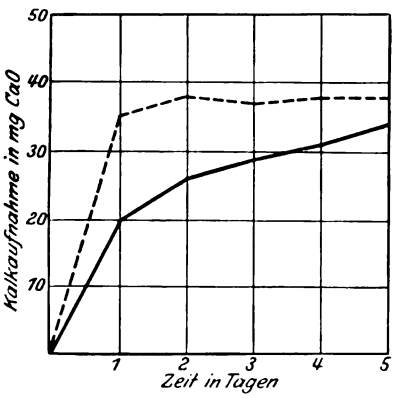


Abb. 3.
– – – auf der Schüttelmaschine, —— mit der Hand geschüttelt.

Soweit diese Ermittlung der Kohlensäurewerte zu dem Zwecke angestrebt wird, eine Beurteilung des Angriffsvermögens des Wassers auf Betonbauten zu gewinnen, ist eine exakte Ermittlung der einzelnen Kohlensäurewerte jedoch von gar keiner ausschlaggebenden Bedeutung.

Es wäre in diesen Fällen empfehlenswert, das Angriffsvermögen des Wassers dadurch zu charakterisieren, daß man durch die Tillmansche Titration das Kalklösungsvermögen des Wassers feststellt und das Ergebnis in Milligramm CaO (Kalziumoxyd) auf 1 l Wasser angibt.

Dieser Wert wäre kurz als „Kalklösungsvermögen" des Wassers zu bezeichnen.

Außerdem wäre bei den jetzt in Betracht gezogenen Untersuchungen für bautechnische Zwecke dann nur noch der Gehalt an „aggressiver Kohlensäure" nach Heyer[2] und der für Karbonatkohlensäure zu ermitteln. Die aggressive Kohlensäure ermittelt man experimentell durch Schütteln des Wassers mit Marmorpulver. Da auch dabei ersichtlicherweise alle organischen und anorganischen freien Säuren zur Auswirkung kommen, wäre es auch hier praktisch, diesen Wert in Milligramm CaO pro Liter auszudrücken und als „Kalziumkarbonatangriffsvermögen" zu bezeichnen. Es sind noch einige Worte zur experimentellen Bestimmung dieses Wertes zu sagen.

[1] Ein Vorschlag Tillmans in seinem Buche: Die chemische Untersuchung von Wasser und Abwasser, S. 90. Verlag W. Knapp, Halle.

[2] Heyer: Gesundhtsing. Nr. 35, S. 669. 1912.

Aggressive Kohlensäure.

Zur Ermittlung der aggressiven Kohlensäure — des Angriffsvermögens — gibt Heyer die folgende Methode an:

„In eine gut schließende Flasche von etwa 500 ccm Inhalt werden einige Gramm feingepulverten[1] und gut ausgewaschenen Marmorpulvers gebracht und dann die Flasche mittels eines bis an den Boden reichenden Schlauches mit dem Wasser bis an den Hals angefüllt. Die Flasche wird darauf mit dem Stopfen verschlossen und öfter gut durchgeschüttelt. Nach 3 Tagen entnimmt man 100 ccm des Wassers und titriert mit Methylorange als Indikator und $^1/_{10}$-n-Säure. Die Titration wird nach einigen Tagen nochmals wiederholt, um sich davon zu überzeugen, daß weitere Kalkaufnahme nicht mehr stattgefunden hat. Meiner Erfahrung nach ist bei sehr stark gefärbten Wässern jedoch an Stelle von Methylorange, dessen Umschlag in solchen Wässern zu beobachten die größte Schwierigkeit macht, besser Lackmus als Indikator anzuwenden. Es muß aber dann das Wasser gekocht werden und der Säurezusatz so lange fortgesetzt werden, bis bei dauerndem Kochen bleibende Rötung eintritt.

Durch die Differenz aus dem so gefundenen Werte der Titration und dem Werte, den man auf gleiche Weise vor der Behandlung des Wassers mit dem Marmorpulver erhalten hat, ergibt sich die Menge des vom Wasser aufgenommenen kohlensauren Kalkes."

Lösungsgeschwindigkeit von Marmorpulver in kohlensäurehaltigem Wasser.

Für die Bestimmung der „aggressiven" Kohlensäure in Wässern werden dieselben demnach nach dem Vorschlage von Heyer, wie oben genau ausgeführt wurde, mit Marmorpulver versetzt, 3 Tage hindurch öfter umgeschüttelt und darauf die vom Wasser aufgenommene Kalkmenge ermittelt. Nach Verlauf von weiteren Tagen wird der Wert auf seine Konstanz kontrolliert.

Im folgenden soll eine Versuchsreihe die Wirkung der Art des Schüttelns auf diese Reaktion dartun.

Versuchsanordnung.

In 5 l Leitungswasser des Amtes (welches rund 100 mg Kalk und 15 mg Magnesia im Liter als Bikarbonate enthält) wurde eine Zeitlang gereinigte Kohlensäure eingeleitet und der Gehalt des Wassers an freier Kohlensäure auf diese Weise etwas angereichert.

Mit dem so gewonnenen Wasser wurden 10 Flaschen von 300 ccm Inhalt gefüllt, nachdem vorher in jede der Flaschen 3 g Marmorpulver (in der Siebung zwischen 900- und 2500-Maschenweite) eingewogen worden war. Das Füllen der Flaschen erfolgte mittels eines Hebers,

[1] Das verwendete Marmorpulver wird von mir auf die Weise erhalten, daß das gepulverte Material über die Siebe von 2500 und 900 Maschen pro qcm abgesiebt wird und nur das zwischen diesen Sieben liegende Material zu den Versuchen verwendet wird.

Digitized by Google

dessen längerer Schenkel bis auf den Boden der zu füllenden Flasche reichte, um keine Kohlensäureverluste zu erleiden. Sie wurden so weit mit dem Wasser gefüllt, daß nach Aufsetzen des Korkstopfens nur noch eine Luftblase von etwa $^1/_2$ ccm Inhalt in der Flasche verblieb.

5 Flaschen wurden mit der Hand und 5 Flaschen mit einer Schüttelmaschine, welche die Flaschen um ihre horizontale Achse drehte, bewegt. Im einzelnen wurde folgendermaßen vorgegangen: Die erste Serie von 5 Flaschen wurde jede Stunde umgeschwenkt und dies täglich 6mal ausgeführt; die übrigen 18 St. des Tages wurden die Flaschen der Ruhe überlassen. Nach je 24 St. wurde eine Flasche untersucht, so daß sie stets vor der Titration 18 St. gestanden hatte.

Die zweite Serie von 5 Flaschen wurde täglich 6 St. in der Schüttelmaschine auf die Weise geschüttelt, daß die Flaschen 35mal in der Minute um ihre horizontale Achse gedreht wurden. Bei dieser Behandlung war das Marmorpulver in der Flüssigkeit dauernd in Bewegung. Nach Ablauf der 6 St. wurde eine Flasche herausgenommen, 18 St. (bis zum nächsten Tag) stehengelassen und darauf zugleich mit der ersten Flasche der ersten Serie auf ihren Kalkgehalt titriert. Mit den andern Flaschen wurde in den folgenden Tagen auf analoge Weise verfahren.

Die Bestimmung des Kalkes erfolgte in allen Fällen durch Titration von 200 ccm völlig klar abgehobenen Wassers mit $^1/_{10}$-n-Salzsäure unter Verwendung von Methylorange als Indikator.

Versuchsergebnis.

Unter A sind die mit der Hand geschüttelten Proben, unter B sind die mit der Maschine geschüttelten Proben verzeichnet.

Tabelle 6.

Einwirkungsdauer in Tagen	A			B		
	Verbrauch in $^1/_{10}$ n-HCl ccm	Gefunden CaO in mg	Aufgenommen CaO in mg	Verbrauch in $^1/_{10}$ n-HCl ccm	Gefunden CaO in mg	Aufgenommen CaO in mg
Ursprüngliches Wasser	7,5	21	—	7,5	21	—
1	14,7	41	20	20,1	56	35
2	16,9	47	26	20,9	59	38
3	18,0	51	29	20,6	58	37
4	18,7	53	31	21,0	59	38
5	19,6	55	34	21,2	59	38

Die Versuche ergaben, wie ersichtlich, folgendes:

Das fortgesetzte maschinelle Schütteln wirkt sehr begünstigend auf das rasche Erreichen des Gleichgewichtszustandes zwischen dem als Bodenkörper vorhandenen kohlensauren Kalk und der lösenden Kohlensäure.

Bei der wenig intensiven Durchmischung von freier Hand ist nach 1 Tage nur etwa $^1/_2$, nach 3 Tagen nur etwa $^2/_3$ und nach 5 Tagen noch nicht alle aggressive Kohlensäure zur Auswirkung gekommen, wogegen bei dem maschinellen Schütteln schon nach 1 Tage fast alle, nach 2 Tagen aber die ganze Menge der vorhandenen aggressiven Kohlensäure zur Auswirkung gekommen und in den weiteren 3 Tagen völliger Gleichgewichtszustand eingetreten ist.

Da in den meisten Fällen die Untersuchungen derartiger Wässer zwecks Beurteilung möglicher Betonbeschädigungen eilig ist, weil die weitere Bauausführung dadurch ins Stocken gerät, empfiehlt es sich, zur Bestimmung des vom Verf. vorgeschlagenen Kalziumkarbonatangriffsvermögens der Wässer ein maschinelles Schüttelverfahren nach beschriebener Art anzuwenden, wodurch die Bestimmungen in 2 Tagen (gegenüber 6 bis 7 Tagen nach der ursprünglich von Heyer vorgeschlagenen Methode) beendet ist.

Zusammenfassung.

Die Bestimmungsmethoden für die verschiedenen Kohlensäurearten im Wasser sind einer kritischen Betrachtung vom Standpunkte ihrer praktischen Anwendung auf die Untersuchung von Naturwässern unterzogen worden.

Das Ergebnis ist folgendes:

Die Bestimmung der Karbonatkohlensäure ergibt bei der Titration mit $^1/_{10}$-n-Säure und Anwendung von Methylorange als Indikator gute Werte, wobei jedoch erforderlich ist, die in der Flüssigkeit gelöste Kohlensäure durch Kochen zu entfernen.

Die Ermittlung der freien Kohlensäure (oder der Gesamtkohlensäure) durch Zusatz von überschüssigem Kalk- oder Barytwasser und Rücktitration mit $^1/_{10}$-Normalsäure (in Verbindung mit der Karbonatkohlensäurebestimmung) gibt fehlerhafte Werte, da mit steigendem Überschuß an Kalk- oder Barythydrat steigende CO_2-Werte gefunden werden.

Die Methode der Gesamtkohlensäurebestimmung durch Fällung der Kohlensäure mit Barythydratlösung und Zersetzung des Bariumkarbonates (ohne vorhergehende Filtration!) mit Salzsäure und Wägung der Kohlensäure, sowie die Methode für die freie Kohlensäure nach Tillmans und Heublein geben für nicht stark verunreinigte Wässer brauchbare Ergebnisse, wogegen sie bei den für Betonangriffe oft in Betracht kommenden Moorwässern, infolge der enthaltenen schwachen organischen Säuren, häufig nicht vorhandene Kohlensäure vortäuschen.

Die Ausführung der Bestimmung der aggressiven Kohlensäure läßt sich durch Anwendung eines Schüttelapparates, bei welchem durch langsame Rotation der Flaschen um ihre Längsachse das Marmorpulver fortgesetzt durch das Wasser hindurchfällt, sehr beschleunigen; die Ergebnisse sind auf diese Weise schon nach ca. 14 St. erhältlich.

Zu einer Charakterisierung der Schädlichkeit eines Wassers für Betonbauwerke, auf Grund seines Kohlensäuregehaltes, reicht neben der Bestimmung der Karbonatkohlensäure die Angabe über sein Kalk- und Kalziumkarbonatlösungsvermögen (CaO mg pro Liter) aus; diese Werte ergeben sich unmittelbar aus den Bestimmungen der freien und aggressiven Kohlensäure.

Digitized by Google

Das Verfahren zur Prüfung von Mauersteinen auf Druckfestigkeit.

Von **H. Burchartz**[1].

Nach den vom Reichsverkehrsministerium herausgegebenen „Regeln für Lieferung und Prüfung von Mauerziegeln (Backsteinen)“ und den mit diesen übereinstimmenden Vorschriften des Normenblattes DIN **105** des Deutschen Normenausschusses sollen Mauerziegel in der Weise auf Druckfestigkeit geprüft werden, daß die Ziegel auf einer Steinsäge in zwei Hälften geschnitten, die Hälften mit fettem Zementmörtel aufeinandergemauert, die der Mauerfuge parallelen Druckflächen mit ebensolchem Zementmörtel abgeglichen und die so gewonnenen Versuchskörper nach ausreichender Erhärtung der Mörtelschichten und genügendem Austrocknen der Druckprobe unterzogen werden.

In der gleichen Weise sollen auch Kalksandsteine nach Normenblatt DIN **106** auf Druckfestigkeit geprüft werden. Nach demselben Prüfungsverfahren wird auch die Druckfestigkeit anderer Mauersteine in Reichsform (Schlackensteine, Zementsteine usw.) ermittelt.

Dieses Verfahren ist aus den Beschlüssen der Konferenzen des Internationalen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik[2] übernommen. Aus welchen Gründen dieses Verfahren seinerzeit empfohlen und eingeführt worden ist, dafür findet sich ein Anhalt weder in den „Beschlüssen“ noch sonstwo in der einschlägigen Literatur. Wahrscheinlich hat man das Verfahren deshalb vorgeschlagen, weil man auf die beschriebene Art und Weise annähernd würfelförmige Probekörper unter möglichster Erhaltung der sog. Brennhaut der Ziegel gewinnen und den etwaigen nachteiligen Einfluß, den das ganze oder teilweise Fehlen der Brennhaut, das allerdings beim Herausschneiden oder Herausbohren von Körpern aus den Steinen unvermeidbar ist, auf das Versuchsergebnis ausüben könnte, nach Möglichkeit ausschließen wollte.

Abgesehen davon, daß in Wirklichkeit nach dem angegebenen Probenfertigungsverfahren keine genau würfelförmigen Körper gewonnen werden — das Verhältnis $\frac{\text{gedrückte Fläche}}{\text{Höhe}}$ beträgt nämlich bei solchen Probekörpern aus zwei zusammengemauerten Steinhälften aus Mauersteinen in Reichsform mit Fuge und Abgleichschichten durchschnittlich nur etwa 0,8, nicht wie bei den Würfeln 1 —, hat man wahrscheinlich übersehen, daß man auch noch eine Reihe anderer Fehlerquellen in das Versuchsverfahren hineinträgt, die das Prüfungsergebnis unter Umständen noch weit mehr und dabei unkontrollierbarer beeinflussen als das teilweise oder vollständige Fehlen der Brennhaut, und die es unmöglich machen, die wahre Materialfestigkeit zuverlässig zu ermitteln. Diese Fehlerquellen liegen in der ungleichen Bindekraft der für Fuge und Abgleichschichten verwendeten Zemente, der dadurch bedingten Festigkeit sowie in dem Alter der Fuge und der Abgleichschichten.

Gary[1] hat bereits 1899 auf die Mängel des Verfahrens aufmerksam gemacht und durch einschlägige Versuche den Einfluß der Bindekraft bzw. Festigkeit des zur Herstellung der Fuge verwendeten Zements und des Alters der Mörtelbänder auf die Festigkeit der Probekörper festgestellt. Verf.[2] hat dann durch eigene umfangreiche Versuche die Abhängigkeit der Festigkeit der Probekörper von dem Alter der Fuge und Abgleichschichten ermittelt und durch weitere Versuche die Beziehungen zwischen der Druckfestigkeit von Versuchskörpern aus Steinhälften (Körperfestigkeit) und der aus den Steinen herausgeschnittenen würfelförmigen Körper (Würfel- oder Materialfestigkeit) festgestellt.

Für erstgenannte Untersuchungen wurden aus den Ziegelsteinen Probekörper in der vorgeschriebenen Weise hergestellt und nach 7, 14, 28 und 90 Tagen Lagerung an der Luft im Zimmer auf Druckfestigkeit geprüft. Die gewonnenen Ergebnisse sind als Durchschnittswerte aus je 10 Einzelversuchen in Tafel 1 wiedergegeben und in Abb. 1 zeichnerisch dargestellt. Aus den Zahlenwerten wie aus dem Verlauf der sie darstellenden Schaulinien ist der Einfluß des Alters der Mörtelschichten auf die Festigkeit der Probekörper ohne weiteres ersichtlich. Der Grad der Festigkeitsänderung mit fortschreitendem Alter ist durch die in der Tafel angegebenen Zahlen veranschaulicht, die als Verhältnis der 7-Tages-Festigkeit (diese = 100 gesetzt) zur Druckfestigkeit der Körper der übrigen Altersstufen berechnet und in dem Schaubilde ebenfalls dargestellt sind. Aus dem Verlauf der Schaulinie ist zu ersehen, daß die Druckfestigkeit der Probekörper mit fortschreitendem Alter der Mörtelbänder zunimmt. Diese Festigkeitszunahme schwankt z. B. für die 28 Tage alten Körper zwischen 1 und 26 und für die 90 Tage alten zwischen 3 und 39% der 7-Tages-Festigkeit. Man sieht also schon hieraus, welche Unsicherheit in dem zur Zeit üblichen Verfahren der Druckfestigkeitsprüfung von Mauersteinen liegt.

Tafel 1. Ergebnisse (Mittelwerte) der Druckversuche und Verhältniszahlen.

Ziegelsorte	Mittlere Druckfestigkeit in kg/cm²				Verhältniszahlen 7 Tage Festigkeit = 100 gesetzt			
	7	14	28	90	7	14	28	90
	Tage				Tage			
1	93	98	105	111	100	105	113	119
2	108	117	113	150	100	108	105	139
3	119	117	120	131	100	98	101	110
4	179	186	189	204	100	104	106	114
5	184	188	237	239	100	102	126	103
6	433	470	444	492	100	108	103	114

[1] Original: Tonindustrie-Zeitung **51**, Nr. 58, S. 1028/31 (1927).

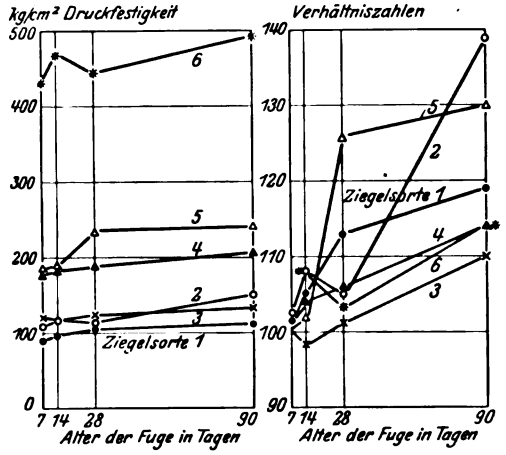
[2] Beschlüsse der Konferenzen zu München, Dresden, Berlin und Wien über einheitliche Untersuchungsmethoden bei der Prüfung von Bau- und Konstruktionsmaterialien auf ihre mechanischen Eigenschaften, zusammengestellt i. A. der Wiener Konferenz von J. Bauschinger, Prof. d. T. H. München. Verlag Th. Ackermann, München.

[1] M. Gary: Ziegelprüfungen in den Betriebsjahren 1895 und 1897, Mitt. a. d. kgl. techn. Versuchsanstalten Berlin 1899, 4. H., 17. Jahrg., S. 121.

[2] H. Burchartz: Luftkalke und Luftkalkmörtel. Berlin: J. Springer 1908.

Digitized by Google

Für die weiteren Versuche zur Feststellung der Beziehungen zwischen Körper- und Würfelfestigkeit, die an 16 Ziegel- und 10 Kalksandsteinsorten ausgeführt



●—●—● Ziegelsorte 1; ○—○—○ Ziegelsorte 2; ×—×—× Ziegelsorte 3;
△—△—△ Ziegelsorte 4; ▲—▲—▲ Ziegelsorte 5; • • • Ziegelsorte 6;

Abb. 1. Darstellung der Versuchsergebnisse nach Tafel 1. (Einfluß des Alters der Fuge und Abgleichschichten auf die Festigkeit der Versuchskörper.)

wurden, wurden aus Steinen jeder Steinsorte je 10 Körper nach dem vorgeschriebenen Verfahren gefertigt und außerdem je 10 würfelförmige Körper, deren Kantenlänge gleich der Dicke der Steine bemessen wurde, herausgeschnitten. Sämtliche Probekörper wurden im trokkenen Zustande der Druckprobe unterzogen.

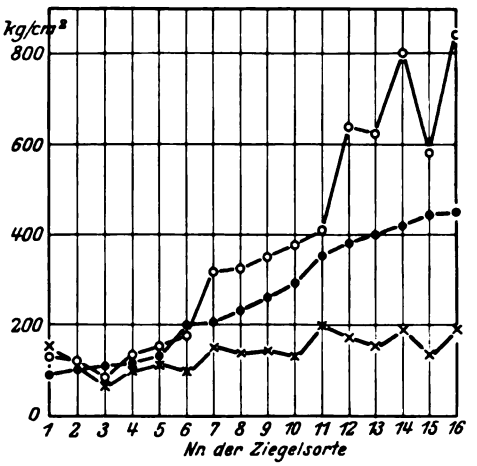
Die gewonnenen Durchschnittsfestigkeitswerte sind in Tafel 2 enthalten und in Abb. 2 und 3 zeichnerisch dargestellt.

Tafel 2.
Ergebnisse (Mittelwerte) der Festigkeitsversuche.
(Vergleiche zwischen Körper- und Würfelfestigkeit.)

Ziegelsteine				Kalksandsteine			
	Mittlere		Verhältniszahlen, Körperfestigkeit = 100 gesetzt		Mittlere		Verhältniszahlen, Körperfestigkeit = 100 gesetzt
Ziegelsorte	Körperfestigkeit kg cm²	Würfelfestigkeit kg cm²		Kalksandsteinsorte	Körperfestigkeit kg cm²	Würfelfestigkeit kg cm²	
1	97	134	138	1	120	119	99
2	105	120	114	2	126	120	95
3	113	82	73	3	134	140	104
4	120	125	104	4	140	157	112
5	130	158	122	5	142	113	80
6	189	177	94	6	144	140	97
7	206	317	154	7	177	267	151
8	231	321	139	8	179	188	105
9	260	375	144	9	185	178	96
10	292	386	132	10	194	233	120
11	350	701	200				
12	382	639	167				
13	403	620	154				
14	421	804	191				
15	444	580	131				
16	454	838	185				

Eine Erläuterung dieser Werte erübrigt sich. Die Zahlen und der Verlauf der Schaulinien sprechen für sich selbst.

Man ersieht ohne weiteres, daß die Körperfestigkeit, d. i. die Druckfestigkeit der zusammengemauerten Steinhälften, bei den weniger festen Steinen teils etwas höher, teils ebenso groß ist wie die Materialfestigkeit, d. h. wie die an den Würfeln ermittelte Druckfestigkeit. Je größer jedoch die Festigkeit der Steine ist, um so mehr ändert sich dieses Verhältnis in dem Sinne, daß bei den festeren Steinen die Körperfestigkeit geringer ist als die Materialfestigkeit, und zwar wird der Unterschied zwischen Körper- und Würfelfestigkeit um so größer, je höher die Materialfestigkeit ist.



●———● Körperfestigkeit; ○ —— ○ Würfelfestigkeit;
×———× Verhältnis der Körper- zur Würfelfestigkeit.

Abb. 2. Darstellung der Versuchsergebnisse nach Tafel 2. (Ziegelsteine.) Vergleich zwischen Körper- und Würfelfestigkeit.

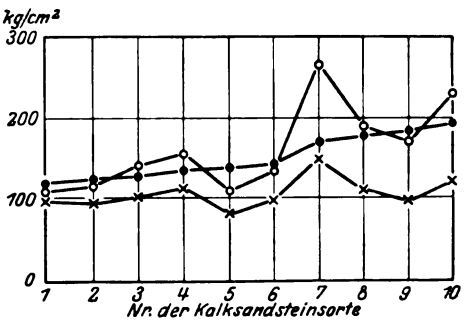


Abb. 3. Darstellung der Versuchsergebnisse nach Tafel 2. (Kalksandsteine.) Vergleich zwischen Körper- und Würfelfestigkeit. Zeichenerklärung wie für Abb. 2.

Wenngleich die vorliegenden Versuchsergebnisse bereits deutlich erkennen ließen, daß das gebräuchliche Verfahren der Prüfung von Mauersteinen auf Druckfestigkeit unzuverlässig ist und bei dessen Anwendung die für Vergleichszwecke gültige Materialfestigkeit der Steine nicht gefunden wird, sind doch auf Veranlassung des Verf. noch weitere planmäßige Versuche nach dieser Richtung hin ausgeführt worden, erstens um weitere Unterlagen für die Beurteilung der Beziehungen zwischen Körper- und Materialfestigkeit zu gewinnen, und zweitens um festzustellen, ob sich auch statt würfelförmiger zylindrische Körper zur Bestimmung der Materialfestigkeit benutzen lassen. Für diese Versuche wurden aus einer großen Anzahl von Ziegel- und Kalksandsteinsorten

1. Probekörper in der nach den ministeriellen Regeln bzw. in der DIN **105** für die Prüfung von Mauerziegeln vorgeschriebenen Art und Weise,

2. würfelförmige Körper, deren Kantenlänge gleich der Höhe der Steine war,

3. zylindrische Körper von 5 cm Durchmesser und 5 cm Höhe hergestellt. Die Würfel wurden aus den

Digitized by Google

Steinen herausgeschnitten, die Zylinder aus diesen herausgebohrt.

In einzelnen Fällen traten beim Herausbohren der Zylinder derart weitgehende Zerstörungen an den Versuchskörpern ein, daß diese für die Prüfung auf Druckfestigkeit nicht verwendbar waren, und zwar wurde diese Erscheinung bei solchem Steinmaterial beobachtet, das ein grobkörniges Gefüge hatte[1].

Beim Herausschneiden der Würfel traten äußerlich wahrnehmbare Beschädigungen der Probekörper nicht ein.

Sämtliche Körper wurden trocken der Druckprobe unterzogen.

In Tafel 4 und 5 sind die Versuchsergebnisse verzeichnet, und zwar nach steigender Körperfestigkeit der Steine geordnet. Tafel 3 enthält die mittleren Abmessungen der Versuchsstücke.

Tafel 4. Ergebnisse der Prüfung von Mauerziegeln auf Druckfestigkeit.

Steinsorte Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Versuch Nr.	Druckfestigkeit in kg/cm²									
Aus zwei Steinhälften bestehende Probekörper (Körperfestigkeit).										
1	349	424	500	430	476	434	590	740	715	780
2	309	390	410	420	388	487	450	660	807	810
3	282	407	320	450	490	476	680	710	743	700
4	339	372	400	400	359	519	570	560	578	690
5	305	277	560	480	424	580	490	760	648	790
6	386	340	440	420	553	569	590	560	732	750
7	309	420	390	400	542	533	670	650	825	800
8	258	390	520	480	370	406	470	760	630	830
9	312	410	290	440	553	455	540	550	609	670
10	342	300	480	400	355	466	370	580	715	810
Mittel	319	373	430	430	451	493	540	650	700	760
Aus den Steinen geschnittene Würfel (Würfelfestigkeit).										
1	508	730	830	620	643	1128	973	1034	1524	1540
2	302	859	744	580	805	814	779	1162	1304	1600
3	472	508	621	790	643	925	864	1214	1471	1480
4	453	418	633	770	867	1242	719	1021	1148	1370
5	361	544	867	740	1210	1102	1047	1085	955	1360
6	601	460	793	820	1044	988	1059	1188	1628	1660
7	338	470	830	930			719			1720
8	213	508	707	870			828			1140
9	392		584	670			900			1430
10	289	[2]	584	860	[2]	[2]	872	[2]	[2]	1120
Mittel	393	562	719	765	869	1033	876	1117	1338	1440
Aus den Steinen gebohrte Zylinder (Zylinderfestigkeit).										
1	568	611	602	460	615	1227	770	800	880	1590
2	425	635	662	590	789	1262	933	960	1077	1180
3	434	493	740	760	512	1015	1032	850	1611	1480
4	451	627	627	780	896	1121	960	1050	1998	1480
5	434	577	627	640	941	996	897	1220	1041	1230
6	400	518	696	590	905	960	842	810	897	1590
7	196	443	584	1040	589	797	915	1160	1139	1180
8	264		610	990	564	1262	951	870		1100
9	297		602	810		1351	960	900		1890
10	289	[2]	602	870	[2]	[2]	1005	950	[2]	1920
Mittel	376	543	635	753	726	1110	926	960	1235	1460

[1] Die gleiche Erscheinung ist auch häufig beim Herausbohren von zylindrischen Körpern aus feuerfesten Steinen mit grobkörnigem Gefüge beobachtet worden.

[2] Zur Herstellung weiterer Versuchsstücke reichte das Probematerial nicht aus.

Tafel 3. Mittlere Abmessungen der Probekörper zu den Druckversuchen.

Steinsorte Nr.	Art der Versuchsstücke	Mittlere Abmessungen in cm	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Mauerziegel.												
1	Körper aus 2 Steinhälften	Länge	12,1	12,2	12,4	11,8	11,7	11,9	12,1	12,0	11,8	11,8
		Breite	12,2	12,2	12,9	11,9	11,7	11,9	12,1	11,9	12,2	11,8
		Höhe	11,5	14,5	14,3	14,5	14,0	14,0	14,3	14,0	14,0	14,5
		Gedrückte Fläche cm²	148	149	150	140	137	142	146	143	145	139
	Würfel	Länge	6,00	6,01	6,27	6,33	6,25	6,22	6,32	6,23	6,25	6,02
		Breite	6,01	6,03	6,29	6,30	6,25	6,30	6,38	6,24	6,16	6,01
		Höhe	6,01	5,98	6,20	6,33	6,01	6,16	6,15	6,14	6,14	6,06
		Gedrückte Fläche cm²	36,1	35,6	39,6	39,3	39,0	39,2	40,3	38,9	38,5	36,2
	Zylinder	Länge	⌀ 4,95	⌀ 4,94	⌀ 4,87	⌀ 4,95	⌀ 4,89	⌀ 4,87	⌀ 4,87	⌀ 4,87	⌀ 4,87	⌀ 4,95
		Breite	4,94	4,98	5,06	5,03	5,00	5,01	4,92	5,00	5,00	5,00
		Höhe	4,94	5,00	5,06	5,03	5,00	5,01	4,92	5,00	5,00	5,00
		Gedrückte Fläche cm²	19,2	19,2	18,7	19,2	18,9	18,6	18,6	18,6	18,6	19,2
Kalksandsteine.												
1	Körper aus 2 Steinhälften	Länge	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,2	12,0	12,1	12,0	12,0
		Breite	12,0	11,9	11,9	12,0	11,8	12,0	11,8	12,0	12,0	12,0
		Höhe	13,8	14,3	14,0	14,8	14,0	14,0	14,0	14,0	14,0	13,9
		Gedrückte Fläche cm²	144	138	143	144	142	146	142	145	144	144
	Würfel	Länge	5,99	6,03	6,03	6,01	6,28	6,00	6,30	6,20	6,00	5,53
		Breite	6,02	6,10	6,20	6,00	6,25	5,90	6,30	6,10	5,90	5,52
		Höhe	6,02	6,10	6,40	6,00	6,28	6,00	6,30	6,10	5,90	5,53
		Gedrückte Fläche cm²	36,1	37,8	39,0	36,2	39,3	36,0	39,6	37,8	36,0	30,6
	Zylinder	Länge	⌀ 4,99	⌀ 4,90	⌀ 4,85	⌀ 4,93	⌀ 4,87	⌀ 4,90	⌀ 4,90	⌀ 4,90	⌀ 4,90	⌀ 4,85
		Breite	4,99	5,00	5,02	5,05	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	4,99
		Höhe	4,99	5,00	5,02	5,05	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	4,99
		Gedrückte Fläche cm²	19,2	18,9	18,5	19,1	18,6	18,9	18,9	18,9	18,9	18,5

Digitized by Google

Tafel 5. Ergebnisse der Prüfung von Kalksandsteinen auf Druckfestigkeit.

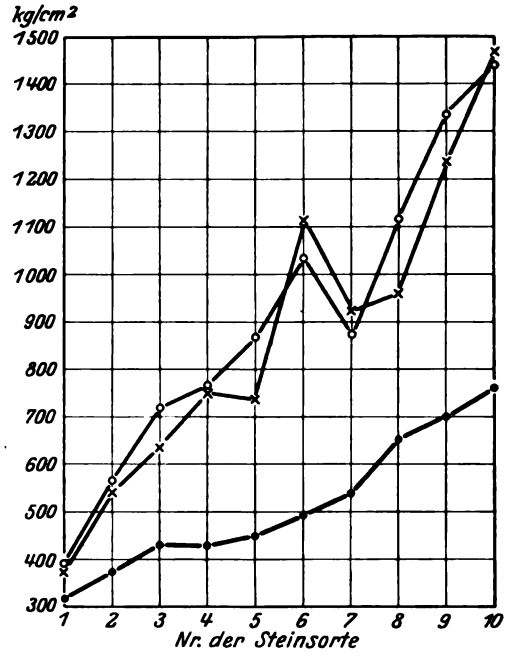
Steinsorte Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Versuch Nr.	Druckfestigkeit in kg/cm²									
Aus zwei Steinhälften bestehende Probekörper (Körperfestigkeit).										
1	178	182	182	198	214	215	214	254	255	304
2	188	203	206	191	204	202	238	233	248	293
3	161	175	182	195	231	205	200	281	235	293
4	164	150	182	174	204	215	214	247	255	317
5	171	214	165	218	204	212	218	223	252	293
6	167	178	189	225	190	218	211	270	279	293
7	164	185	216	171	208	222	200	223	228	300
8	167	178	203	215	214	225	225	223	235	307
9	188	168	216	195	201	228	225	240	255	321
10	167	199	182	225	228	218	242	237	245	317
Mittel	172	183	192	201	210	216	219	243	249	304
Aus den Steinen geschnittene Würfel (Würfelfestigkeit).										
1	231	194	226	226	237	209	214	246	267	373
2	158	220	218	262	179	222	226	268	308	336
3	204	220	222	203	216	268	218	238	285	368
4	208	212	201	140	199	227	255	268	303	373
5	226	194	243	253	253	191	251	259	303	368
6	185	194	201	270	187	181	207	255	267	346
7	181		188	212	208					383
8	253		214	203						378
9	158		201	230						360
10	240	[1]	[1]	212		[1]	[1]	[1]	[1]	377
Mittel	204	206	213	221	211	216	228	256	289	366
Aus den Steinen gebohrte Zylinder (Zylinderfestigkeit).										
1	134	190	238	169	249	168	131	250	242	397
2	115	216	203	151	161	132	139	250	242	424
3	126	216	236	126	171	164	249	242	250	388
4	121	225	241	163	138	216	252	233	259	388
5	219	225	141	163	192	222	153	242	259	379
6	179	190	200	205	199	214	165	250	250	397
7	159	225	155	194	126	177	165	216		379
8	144	225	137	165	128	166	168	207		397
9	178	216	170	222	124	170	141	250		362
10	160	216	230	171	254	186	132	233	[1]	371
Mittel	154	214	195	173	174	182	170	237	250	388

Tafel 6. Zusammenstellung der Mittelwerte der Druckversuche.

Steinsorte Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Art der Versuchsstücke	Mittlere Druckfestigkeit in kg/cm²									
Mauerziegel.										
Körper .	319	373	430	430	451	493	540	650	700	760
Würfel .	393	562	719	765	869	1033	876	1117	1338	1440
Zylinder	376	543	635	753	726	1110	926	960	1235	1460
Kalksandsteine.										
Körper .	172	183	192	201	210	216	219	243	249	304
Würfel .	204	206	213	221	211	216	228	256	289	366
Zylinder	154	214	195	173	174	182	170	237	250	388
Verhältniszahlen: Körperfestigkeit = 100 gesetzt.										
Mauerziegel.										
Körper .	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Würfel .	123	151	169	178	193	209	162	172	192	189
Zylinder	118	146	148	175	161	225	172	148	176	192
Kalksandsteine.										
Körper .	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Würfel .	119	113	111	110	100	100	104	105	116	125
Zylinder	89	117	102	85	82	84	78	98	100	128

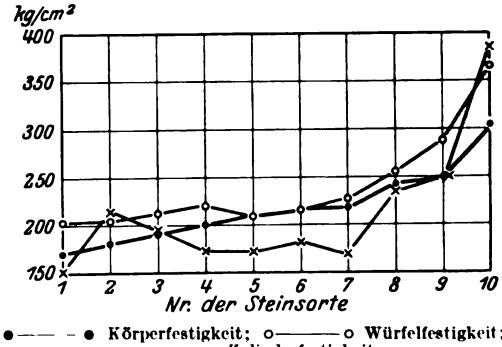
[1] Zur Herstellung weiterer Versuchsstücke reichte das Probematerial nicht aus.

Zwecks leichterer Übersicht sind die Mittelwerte der Druckversuche in Tafel 6 zusammengestellt und in den Abb. 4 und 5 schauzeichnerisch aufgetragen. Um den



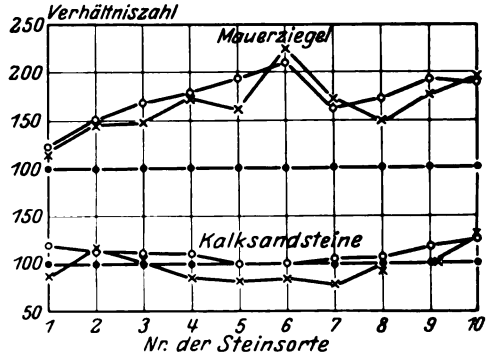
● Körperfestigkeit; o Würfelfestigkeit; × Zylinderfestigkeit.

Abb. 4. Darstellung der durchschnittlichen Ergebnisse der Druckversuche mit Mauerziegeln nach Tafel 6.



● Körperfestigkeit; o Würfelfestigkeit; × Zylinderfestigkeit.

Abb. 5. Darstellung der durchschnittlichen Ergebnisse der Druckversuche mit Kalksandsteinen.



● Körperfestigkeit; o Würfelfestigkeit; × Zylinderfestigkeit.

Abb. 6. Darstellung der Verhältniszahlen nach Tafel 6.

Unterschied zwischen Körper-, Würfel- und Zylinderfestigkeit zahlenmäßig zum Ausdruck zu bringen, ist das Verhältnis der Durchschnittswerte für die beiden letztgenannten Festigkeiten zu denen für die Körperfestigkeit (diese = 100 gesetzt) in Tafel 6 berechnet und in Abb. 6 zeichnerisch dargestellt.

Digitized by Google

Schlußfolgerungen.

Aus den Zahlenwerten und dem Verlauf der Schaulinien ist folgendes zu ersehen:

a) Ziegelsteine.

1. Die an Würfeln ermittelte Druckfestigkeit ist in allen Fällen höher als die an aus Steinhälften bestehenden Körpern bestimmte. Der absolute Unterschied zwischen beiden Festigkeiten steigt mit zunehmender Festigkeit; während er sich z. B. bei 319 kg/cm² Körperfestigkeit auf nur 74 kg/cm² beläuft, beträgt er bei 760 kg/cm² Körperfestigkeit 680 kg/cm². Relativ nimmt dieser Unterschied, wie aus den Verhältniszahlen zu ersehen ist, nur bis zu einer gewissen Festigkeit (etwa 500 kg/cm² Körperfestigkeit) zu. So steigt er von 23% für 319 kg/cm² bis auf rund 80% für etwa 500 kg/cm² Druckfestigkeit. Über diese Körperfestigkeit hinaus bleibt der Festigkeitsunterschied im Mittel nahezu der gleiche (80%). In einem Falle (Ziegelsorte Nr. 6) ist die Würfelfestigkeit um mehr als 100% höher als die Körperfestigkeit; jedoch ist dieses Ergebnis wahrscheinlich auf Zufälligkeiten (Ungleichmäßigkeit des Ziegelmaterials) zurückzuführen.

2. Die an zylindrischen Körpern bestimmte Druckfestigkeit ist ebenfalls in allen Fällen höher als die Körperfestigkeit. Auch hier wird der Festigkeitsunterschied um so größer, je höher die Körperfestigkeit ist. Er steigt ebenfalls wie bei den Würfeln bis zu einer gewissen Grenze der Körperfestigkeit, jedoch durchschnittlich in etwas geringerem Grade als bei der Würfelfestigkeit. So beträgt er z. B. für 319 kg/cm² Körperfestigkeit nur 18% gegenüber 23% bei der Würfelfestigkeit und für 451 kg/cm² Körperfestigkeit nur 61% gegenüber 93% bei der Würfelfestigkeit. Durchschnittlich ist die Zylinderfestigkeit geringer als die Würfelfestigkeit. Nur in 3 Fällen ist sie etwas größer als diese.

b) Kalksandsteine.

1. Bei den Kalksandsteinen, deren Festigkeit in mittleren Grenzen liegt — die Körperfestigkeit schwankt zwischen 172 und 304 kg/cm² —, ist die Würfelfestigkeit ebenso wie bei den Ziegelsteinen durchschnittlich höher als die Körperfestigkeit. Jedoch ist der Unterschied zwischen beiden Festigkeiten verhältnismäßig gering. Mit steigender Festigkeit nimmt er ebenso wie bei den Ziegelsteinen zu. Z. B. beträgt er bei rund 200 kg/cm² Körperfestigkeit 0% und bei 300 kg/cm² Körperfestigkeit 25%.

2. Die Zylinderfestigkeit ist geringer als die Körperfestigkeit und, da die Würfelfestigkeit höher ist als die Körperfestigkeit, auch geringer als die Würfelfestigkeit. Daß die Zylinderfestigkeit der Kalksandsteinsorten Nr. 2 und 3 etwas höher ist als die Körperfestigkeit, dürfte auf Zufälligkeiten beruhen. Die Kalksandsteinsorte Nr. 10 mit der höchsten Druckfestigkeit von 304 kg/cm² hat eine um 28% höhere Zylinderfestigkeit, ein Beweis dafür, daß Kalksandsteine mit höherer Festigkeit sich ebenso verhalten wie Mauerziegel von großer Festigkeit. Der Grund dafür, daß die zylindrischen Körper aus Kalksandsteinen geringere Druckfestigkeiten ergeben haben als die aus zwei Steinhälften bestehenden Proben, dürfte darin zu suchen sein, daß das Material der Körper beim Herausbohren in seinem Gefüge gelockert und infolgedessen in seiner Festigkeit beeinträchtigt worden ist. Es ist nicht ausgeschlossen, daß der Befund, nach dem die zylindrischen Körper aus Mauerziegeln ebenfalls geringere Festigkeiten ergeben haben als die Würfel, gleichfalls auf Lockerung des Gefüges zurückzuführen ist[1].

Zusammenfassung.

Aus dem vorliegenden Prüfungsbefund geht deutlich hervor, daß die an Versuchskörpern aus zwei Steinhälften ermittelte Druckfestigkeit nicht die eigentliche für den Vergleich dienende Materialfestigkeit der Steine ist. Auch die an zylindrischen Körpern ermittelte Druckfestigkeit kann nicht als die Materialfestigkeit angesprochen werden. Diese wird in einwandfreier Weise nur durch Prüfung der aus den Steinen herausgeschnittenen Würfel bestimmt, da die höchst gefundene Festigkeit mit großer Wahrscheinlichkeit die richtige ist.

Das zur Zeit gebräuchliche Verfahren für die Bestimmung der Druckfestigkeit von Mauersteinen bedarf daher der Neuregelung. — Es erhebt sich nun die Frage: Wie erklärt sich die auffallende Erscheinung, daß die Körperfestigkeit, sobald die Festigkeit der Steine eine gewisse Grenze erreicht hat und überschreitet, kleiner ist als die Würfelfestigkeit? Eine Erscheinung, die um so auffälliger ist, als man erwarten sollte, daß erstere Festigkeit größer ausfalle als die letztere; denn erstens bleibt bei den Körpern aus zwei Steinhälften die Brennhaut der Ziegel völlig unversehrt, während sie bei den Würfeln nur an einzelnen Seitenflächen und bei den Zylindern überhaupt nicht erhalten bleibt, und zweitens ist bei den Versuchskörpern aus zwei Steinhälften wegen der größeren Druckflächen die Reibung zwischen diesen und den Druckplatten der Presse größer als bei den Würfeln und Zylindern mit den wesentlich kleineren Druckflächen.

Die geringere Druckfestigkeit der aus Steinhälften bestehenden Versuchskörper erklärt sich aus der Wirkung der Abgleichschichten und der Zementfuge, die die beiden Steinhälften miteinander verbindet. Solange die Materialfestigkeit der Steine kleiner oder ebenso groß ist wie die Festigkeit des Materials der Zementfuge und der Abgleichschichten — diese dürfte etwa zwischen 150 und 250 kg je nach der Bindekraft des verwendeten Zementes liegen, d. h. also zwischen den Druckfestigkeitsgrenzen von Steinen mittlerer Güte —, wird die Festigkeit der Mörtelbänder ohne wesentlichen Einfluß auf die Festigkeit des Versuchskörpers sein. Sobald jedoch die Druckfestigkeit des Steinmaterials die Materialfestigkeit der Mörtelbänder, der Zementfuge und der Abgleichschichten, überschreitet, wirken diese wie weiche Zwischenlagen. Solche Zwischenlagen üben insofern einen nachteiligen

[1] Wegen der starken Inanspruchnahme, die das Material beim Herausbohren von zylindrischen Körpern nach den vorliegenden Ergebnissen erleidet, dürfte sich der von Amerika ausgehende Vorschlag, die Druckfestigkeit des Betons von Betonstraßen in der Weise zu ermitteln, daß aus der Straßenbetondecke zylindrische Körper herausgebohrt und der Druckprobe unterzogen werden, kaum zur Annahme empfehlen.

Digitized by Google

Einfluß aus, als sie bekanntlich eine frühzeitige Zerstörung der Probestücke herbeiführen, so daß die Festigkeit geringer ausfällt als bei Nichtvorhandensein von weichen Zwischenlagen, und zwar ist dieser ungünstige Einfluß um so größer, je höher die Materialfestigkeit des zu prüfenden Steinmaterials ist, eine Folgerung, deren Richtigkeit durch die vorliegenden Versuchsergebnisse hinlänglich bewiesen ist.

Die Ursachen des Rissigwerdens von Steinholzfußbodenbelag.

Von **H. Burchartz** [1].

In dem letzten Jahrzehnt sind wiederholt Fälle vorgekommen, in denen auf Beton oder Estrich verlegtes Steinholz sich nicht bewährt hat, indem es rissig geworden ist. In allen diesen Fällen konnte übereinstimmend festgestellt werden, daß die Schäden eingetreten sind, nachdem die Räume, in denen das Steinholz verlegt war, beheizt worden waren. Damit wäre ohne weiteres erwiesen, daß das Rissigwerden des Steinholzbelages eine Folge der Wärmeeinwirkung, der hierbei eintretenden Austrocknung sowie der damit zusammenhängenden Raumänderung (Schwinden) war. In allen Fällen, die dem Staatl. Materialprüfungsamt bekannt geworden sind, lassen Art und Verlauf der Risse einwandfrei auf Schwinden des Steinholzes schließen.

Die Steinholzindustrie vertrat in diesen Fällen den Standpunkt, daß das Rissigwerden mit der Beschaffenheit des Unterbetons, auf dem das Steinholz verlegt war, zusammenhängt, anscheinend von der Voraussetzung ausgehend, daß die in dem Steinholz erfahrungsgemäß infolge Raumänderung auftretenden Spannungen von der Beton- bzw. Estrichunterlage aufgenommen werden sollen und so die Rißbildung verhindert werden könnte. Diese Voraussetzung wäre indessen nur berechtigt, wenn der Beton oder Estrich höhere Zugfestigkeit besäße als das Steinholz und somit imstande wäre, bei genügend fester

[1] Original: Zement 15, Nr. 28, S. 497—98 (1926).

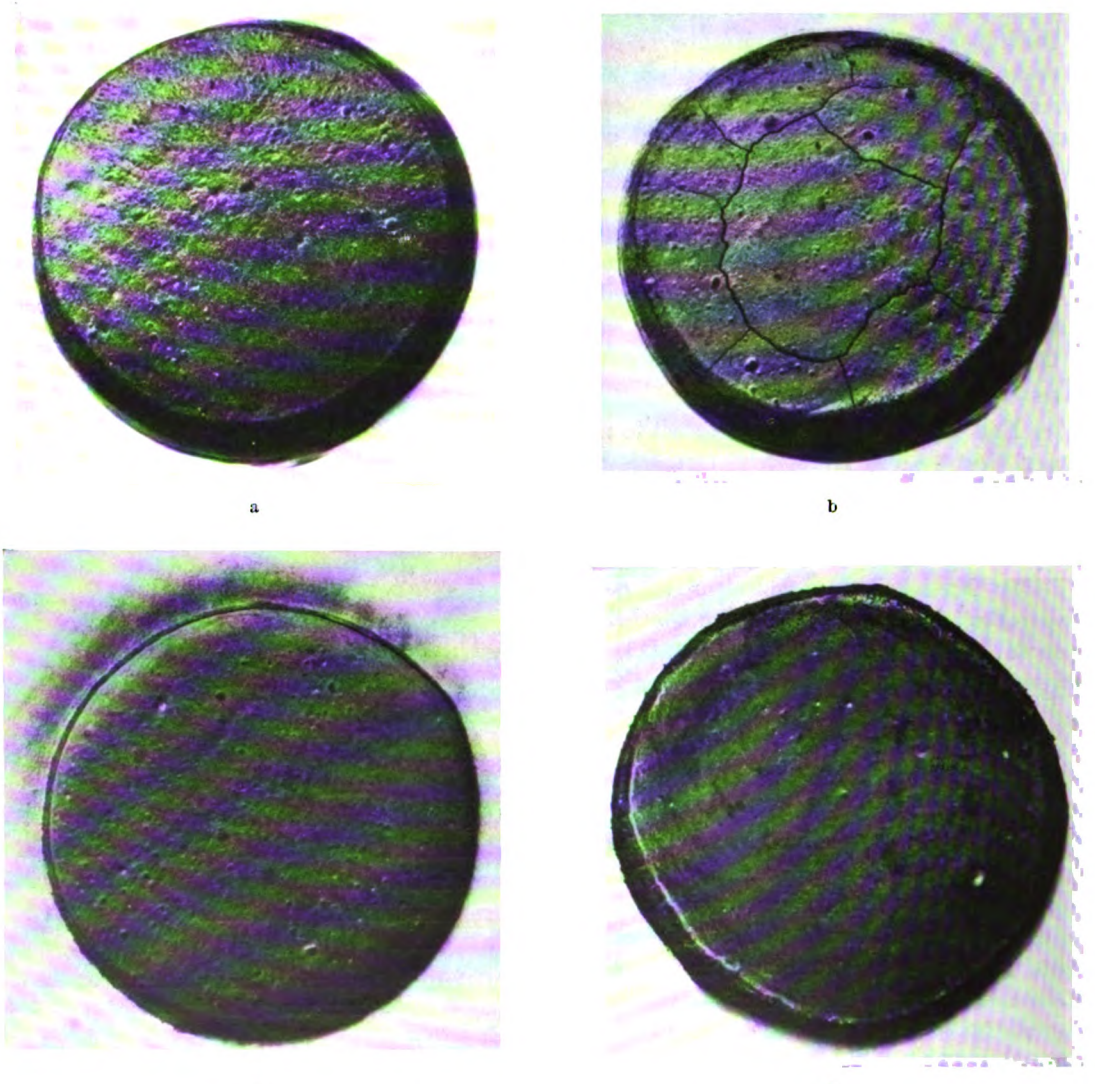


Abb. 1. Oberseite der in verschiedener Weise behandelten Zementkuchen.

a) Zementkuchen, auf Glasplatten hergestellt und normengemäß gelagert, b) Zementkuchen, auf Glasplatten ausgebreitet und der Zugluft ausgesetzt, c) Zementkuchen, auf Fließpapier ausgebreitet und der Zugluft ausgesetzt, d) Zementkuchen, auf Ölschicht ausgebreitet und der Zugluft ausgesetzt.

Digitized by Google

Verbindung mit dem Steinholz die in diesem sich bildenden Schwindspannungen aufzunehmen. Dies ist jedoch nicht der Fall; denn die Zugfestigkeit von Steinholz ist bekanntlich wesentlich höher als die von Beton, namentlich wenn dieser, wie es bei Estrich meist der Fall ist, weich angemacht ist. Die Beschaffenheit und Güte des Betonmaterials ist vielmehr auf das Verhalten des Steinholzbelages ohne Einfluß, d. h. die Eigenschaften des Betons können, selbst bei bestem Haften des Betons im Steinholz, weder die Neigung des Steinholzes (in der Wärme), zu schwinden, noch, wenn das Schwinden ein gewisses Maß überschreitet, die naturgemäß eintretende Folgeerscheinung der Rißbildung verhindern. Im Gegenteil wäre es wahrscheinlich vorteilhafter, wenn der Beton nur schlecht oder besser gar nicht am Steinholz haftete, da dann die im Steinholz auftretenden Schwindspannungen sich frei entfalten könnten und vermutlich überhaupt zu keiner Rißbildung führen würden. Um diese Vermutung auf ihre Richtigkeit zu prüfen, wurde zunächst folgender Versuch gemacht:

Aus Portlandzement normenmäßiger Beschaffenheit wurden Kuchen, wie sie für die Raumbeständigkeitsprüfung hergestellt werden, auf Glasplatten ausgebreitet, und zwar

1. unmittelbar auf Glasplatten, wie nach den Normen üblich;
2. auf ein auf die Glasplatten vorher aufgelegtes Stück Fließpapier und
3. auf Glasplatten, deren Oberseite mit einer Ölschicht bedeckt war.

Diese Proben wurden unmittelbar nach der Fertigung — also während des Abbindens — dem Luftzuge ausgesetzt; andere ebenfalls unmittelbar auf Glasplatten ausgebreitete Kuchen wurden in einen feucht gehaltenen Kasten gelegt.

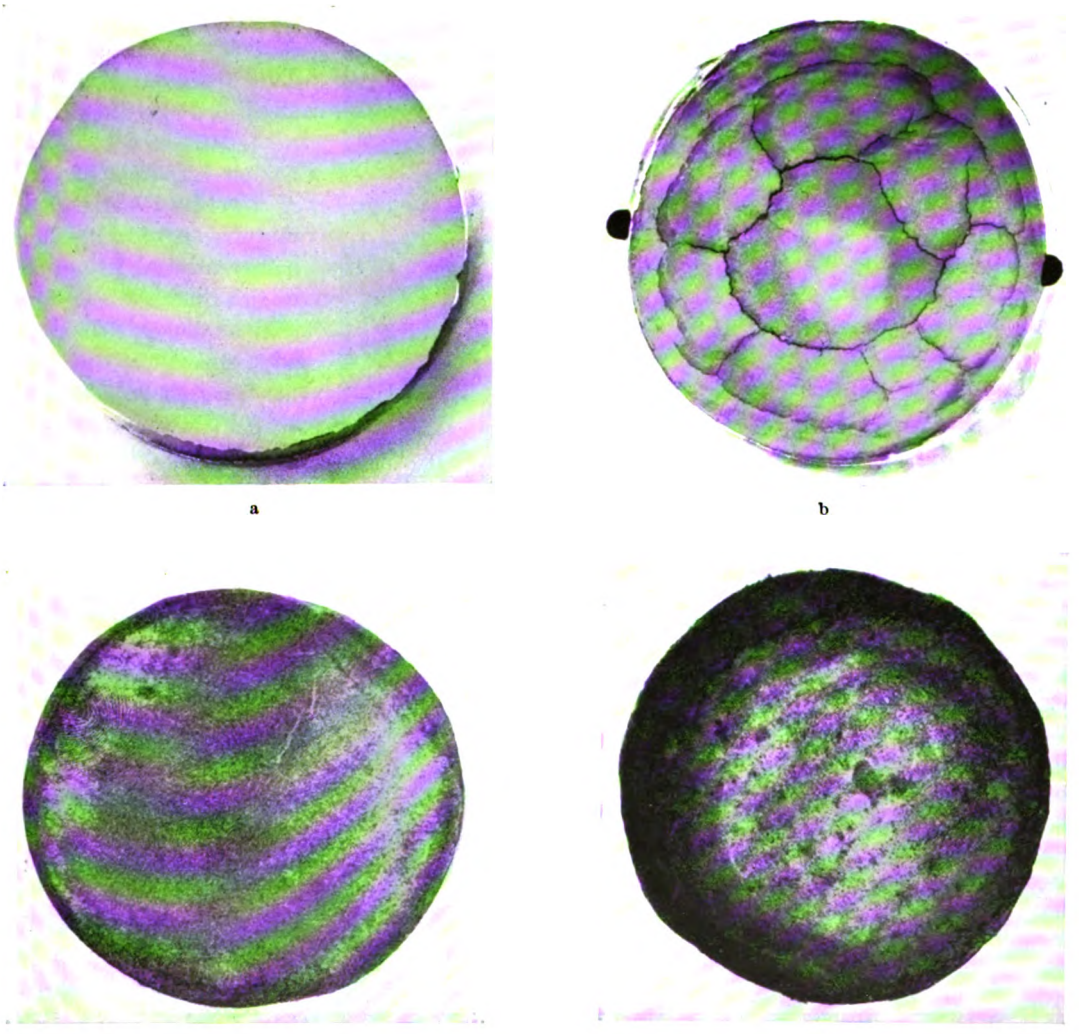
Die Beobachtung der Kuchen nach dem Abbinden ergab folgendes:

Die **unmittelbar** auf der Glasplatte ausgebreiteten Kuchen **hafteten fest** an der Glasplatte, waren aber **stark rissig**. Die Risse waren, wie ihr Verlauf deutlich erkennen ließ, Schwindrisse.

Die auf den mit **Fließpapier und Öl bedeckten** Glasplatten hergestellten Kuchen waren **lose**, jedoch **völlig rißfrei**.

Die normengemäß gelagerten Kuchen hafteten an der Glasplatte und waren rißfrei.

Abb. 1 und 2 zeigen die verschieden behandelten Kuchen, und zwar



a b c d

Abb. 2. Unterseite der in verschiedener Weise behandelten Zementkuchen.

a) Zementkuchen, auf Glasplatten hergestellt und normengemäß gelagert, b) Zementkuchen, auf Glasplatten ausgebreitet und der Zugluft ausgesetzt, c) Zementkuchen, auf Fließpapier ausgebreitet und der Zugluft ausgesetzt, d) Zementkuchen, auf Ölschicht ausgebreitet und der Zugluft ausgesetzt.

Digitized by Google

a) den auf der Glasplatte ausgebreiteten, im feuchten Kasten gelagerten Kuchen (normenmäßige Behandlung),

b) den auf der Glasplatte ausgebreiteten, der Zugluft ausgesetzten Kuchen,

c) den auf Fließpapier ausgebreiteten, der Zugluft ausgesetzten Kuchen,

d) den auf der Ölschicht ausgebreiteten, der Zugluft ausgesetzten Kuchen.

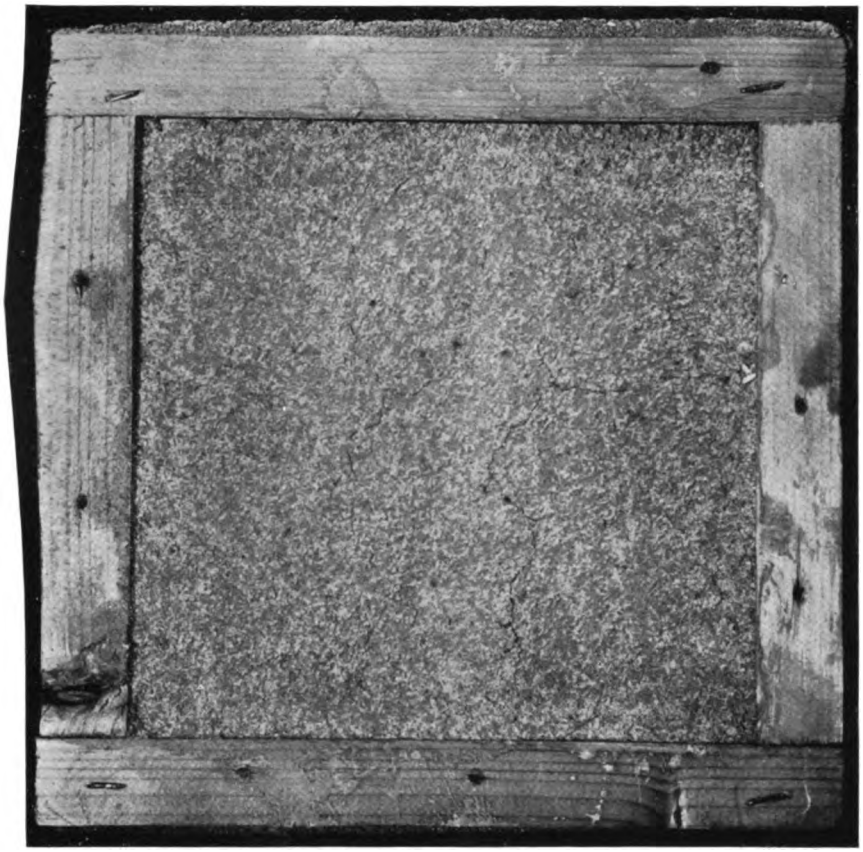


Abb. 3. Steinholzbelag, unmittelbar auf Betonplatten verlegt.

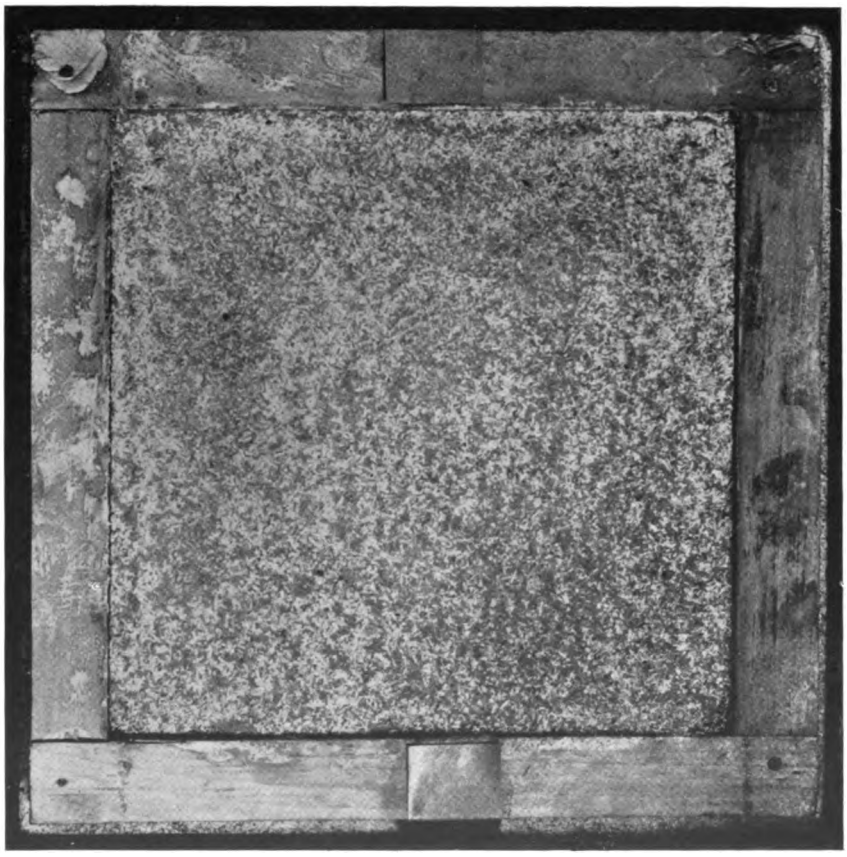


Abb. 4. Steinholzbelag, auf Fließpapier verlegt.

Hieraus läßt sich schließen, daß die Kuchen, die unmittelbar auf der Glasplatte hergestellt und der Einwirkung der Zugluft ausgesetzt waren, infolge des Festhaftens an der Glasplatte in ihrem Bestreben, ihren Raum zu verändern, gehindert waren und die hierbei aufgetretenen Spannungen ein solches Übermaß erreichten, daß Risse eintreten mußten.

Bei den Kuchen dagegen, die auf den mit Fließpapier bzw. Öl bedeckten Glasplatten ausgebreitet waren, bestand keine Haftung zwischen Glasplatte und Kuchen, so daß diese sich frei bewegen konnten.

Hiermit war an sich schon der Beweis erbracht, daß das Rissigwerden von Zement infolge Schwindens dadurch verhindert werden kann, daß die Möglichkeit gegeben wird, daß das Schwinden sich ungehemmt entfalten kann.

Um die Richtigkeit obiger Vermutung auch für Steinholz praktisch zu erproben, d. h. um zu ermitteln, ob sich Steinholzbelag unter gleichen oder ähnlichen Bedingungen ebenso wie Zement verhält, wurde folgender Versuch vorgenommen:

Auf Zementbetonplatten wurde innerhalb eines Holzrahmens Steinholzmasse, die aus 1 Rtl. Magnesit +2 Rtl. Sägemehl mit etwa 90% Zusatz von Chlormagnesiumlauge (22° Bé) bestand, etwa 2 cm dick verlegt, und zwar einmal unmittelbar auf die Betonplatte selbst und das andere Mal auf Fließpapier als Zwischenlage.

Nachdem die Steinholzmasse erhärtet war, wurden die Probekörper in einem Trockenofen der Einwirkung von etwa 50° C mehrere Tage lang ausgesetzt. Das Ergebnis dieser Behandlung war folgendes:

Der **unmittelbar** auf die Betonplatte aufgebrachte Steinholzbelag **haftete fest** an der Platte. war jedoch **von mehreren unregelmäßig verlaufenden Rissen durchzogen.** Diese Risse zeigten den charakteristischen Verlauf von Schwindrissen.

Digitized by Google

Der auf die Platte mit einer **Zwischenlage von Fließpapier aufgebrachte** Belag lag **lose** auf der Betonplatte, war aber **rißfrei**. Zwischen Steinholz und Holzrahmen hatte sich ein mehr oder minder breiter Spalt gebildet.

Abb. 3 zeigt die Probe mit dem unmittelbar auf die Betonplatte, Abb. 4 die Probe mit dem auf Fließpapier aufgebrachten Belag.

Durch diesen Befund war ebenfalls die Richtigkeit obiger Vermutung bewiesen und dargetan, daß Steinholzbelag, der nicht mit der Beton- oder Estrichunterlage in fester Verbindung steht, wenn sich der natürliche Schwindvorgang ungehemmt vollziehen kann, rißfrei bleibt, während Steinholzbelag, der an der Unterlage haftet, beim Schwinden rissig wird.

Die Versuche lehren, daß Steinholz als Fußbodenbelag nicht in Räumen verlegt werden soll, die dauernd stark beheizt werden, oder in denen warme trockene Luft vorherrscht.

Im übrigen bleibt die Tatsache bestehen, daß Steinholz, an richtiger Stelle angewendet und sachgemäß verlegt, ein durchaus brauchbarer und dauerhafter Fußbodenbelagstoff ist.

Schlußbemerkung.

Das oben beschriebene immerhin bemerkenswerte, bis jetzt wohl noch von keiner Seite festgestelle Verhalten der auf mit Fließpapier oder Öl bedeckten Glasplatten ausgebreiteten Zementkuchen weist vielleicht einen Weg, wie man auch in der Praxis, wenn auch nicht das Schwinden, so doch das durch das Schwinden verursachte Rissigwerden von Beton, z. B. bei Verwendung für Straßenfahrbahnen, verhindern oder doch wenigstens einschränken kann.

Versuche mit Hochofenstückschlacke als Gleisbettungsstoff.

Von **H. Burchartz** und **G. Saenger**[1].

Bericht Nr. 8 des Ausschusses für Verwertung der Hochofenschlacke des Vereins deutscher Eisenhüttenleute.

(Vergleichsversuche mit Stückschlacken und Bruchsteinen auf Wasseraufnahme, chemische Einwirkung auf Holz- und Eisenschwellen, Frostbeständigkeit, Widerstandsfähigkeit gegen Schlag und Druck nach Rudeloff. Richtlinien des Reichsverkehrsministeriums. Abänderungsvorschlag. Zusammenfassung.)

Der seinerzeit von dem Minister der öffentlichen Arbeiten gebildete „Ausschuß zur Untersuchung der Verwendbarkeit von Hochofenschlacke zu Betonzwecken“[2] hat am 25. Januar 1917 u. a. über die Aufstellung von Richtlinien für die Herstellung und Lieferung von Hochofenschlacke zur Verwendung als Eisenbahnschotter beraten. Hierbei wurde zum Ausdruck gebracht, daß es nach den damals vorliegenden Erfahrungen nicht möglich sei, bereits zu einem abschließenden Urteil über die Bewährung von Hochofenschlacke für Gleisbettung zu kommen. Die Beurteilung war nach den Auskünften auf eine bei den Eisenbahndirektionen vorgenommene Rundfrage sehr verschieden ausgefallen, was darauf schließen ließ, daß es geeignete und ungeeignete Schlacken gäbe.

Oberbaurat Lauer hat daher vorgeschlagen, dem Minister der öffentlichen Arbeiten die Anlage von Versuchsstrecken zu empfehlen, um das Verhalten der verschiedenen Schlackensorten erforschen zu können. Allerdings müßten sich diese Versuche auf Jahre hinaus erstrecken, da die Ergründung des Zementierens der Gleisbettung und des Rostens des Oberbaues viel Zeit erfordern würde. Es wurde daher angeregt, gleichzeitig Laboratoriumsversuche auszuführen, die in kürzerer Zeit Ergebnisse erwarten ließen als die praktischen Versuche. Der Unterausschuß, der zu diesem Zwecke eingesetzt wurde, legte daraufhin folgenden Arbeitsplan vor:

1. Der Verein deutscher Eisenhüttenleute wird diejenigen Hochofenwerke bezeichnen, deren Erzeugnis zu den Versuchsstrecken verwendet werden soll. Hierbei kommt es in erster Linie auf Wetterbeständigkeit an, wofür in Ermangelung eines geeigneten Prüfverfahrens die Erfahrung maßgebend sein wird. Im übrigen werden bei der Auswahl des Rohstoffes und der Anfertigung des Schotters die neu aufgestellten Richtlinien zu beachten sein.

Die vom Verein ausgewählten Werke müssen den Schlackenschotter für die Versuchsstrecken (je etwa 2000 ccm) nach näherer Vereinbarung an die zuständigen Eisenbahndirektionen liefern, ferner von dem gleichen Grundstoff eine zur Anstellung von Versuchen bestimmte kleine Menge an das Materialprüfungsamt Berlin-Lichterfelde senden, endlich dafür sorgen, daß Ergänzungsschotter zur Unterhaltung der Versuchsstrecken in gleichartiger Beschaffenheit nachgeliefert werden kann.

2. Aus den ohnehin planmäßig zum Umbau kommenden Gleisstrecken sollen Versuchsabschnitte derartig ausgewählt werden, daß je 1 km in der sonst verwendeten Bettung und 1 km in Schlackenschotter verlegt werden. Von beiden Vergleichsstrecken erhält wieder je die Hälfte eiserne und hölzerne Schwellen. Im übrigen sollen die Versuchsstrecken in ihrer Gesamtheit möglichst alle vorkommenden Verhältnisse umfassen, also Haupt- und Nebenbahnen, schweren, mittleren und leichten Verkehr, Dammstrecken, trockene und quellige Einschnitte, auch Wegübergänge und Zwischenbahnsteige, bei denen der Schotter bis an die Schienenköpfe reicht. Ebenso wird der Schlackenschotter unter Weichen zu erproben sein. Um eine geeignete Auswahl zu ermöglichen, wird es sich empfehlen, daß die Direktionen verschiedene Strecken unter genauer Angabe der Betriebs- und örtlichen Verhältnisse vorschlagen.

Das Materialprüfungsamt legte daraufhin einen Arbeitsplan für die in Aussicht genommenen Laboratoriumsversuche vor, der folgende Versuchsstoffe umfaßte:

[1] Original: Archiv für das Eisenhüttenwesen 1, Heft 3 (1927).

[2] Vgl. Stahleisen Bd. 37, S. 626/33, 646/55, 670/8, 714/9 und 734/8. 1917.

Digitized by Google

a) 9 Sorten Hochofenstückschlacke,
b) 4 Basaltsorten,
c) 1 Granitsorte,
d) 1 Grauwacke,
e) 1 Melaphyr,
f) 1 Sandstein (Piesberger).

Die Versuche bestanden zunächst in:

1. Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Schlacken,
2. Ermittlung der Dichtigkeitsverhältnisse (Raumgewicht, spezifisches Gewicht, Dichtigkeitsgrad),
3. Bestimmung der Wasseraufnahme,
4. Prüfung auf Frostbeständigkeit,
5. Beobachtung der chemischen Einwirkung des Schotters auf Eisen und Holz,
6. Ermittlung des Widerstandes des Schotters gegen Zertrümmern nach Verfahren Rudeloff,
7. Prüfung auf Kanten- und Stoßfestigkeit.

Der Arbeitsplan wurde später unter Beschluß des Ausschusses noch ausgedehnt auf:

8. Bestimmung des Raumgewichtes des Schotters,
9. Prüfung auf Wasseraufnahme und -abgabe,
10. Beobachtung der chemischen Einwirkung von dichter und poröser Schlacke auf Eisen und Holz im Vergleich mit Kies.

Die 9 Hochofenschlacken sind im nachstehenden mit I bis IX, die 8 Bruchsteinsorten mit 1 bis 8 bezeichnet (Zahlentafel 2). Die Schlacken entstammten teils den Hochofenwerken, teils den Versuchsstrecken, in denen sie mehrere Jahre verlegt gewesen waren. Die Proben wurden in Form von Schotter in der für Gleisbettungszwecke üblichen Körnung eingesandt. Die Versuche wurden im wesentlichen in den Jahren 1917 bis 1920 ausgeführt, mit Ausnahme derjenigen über die chemische Einwirkung, die erst im Jahre 1925 zum Abschluß gelangten. Die Kosten der Untersuchungen trug der Verein deutscher Eisenhüttenleute.

Die Bestimmung der Dichtigkeitsverhältnisse, der Wasseraufnahme und Frostbeständigkeit erfolgte in der für andere Baustoffe üblichen Weise. Das Raumgewicht des Schotters wurde in der Weise ermittelt, daß der trockene oder getrocknete Schotter in ein rundes Hohlgefäß von 10 l Inhalt bei 18 cm Höhe und 26,6 cm lichtem Durchmesser ohne Rütteln eingefüllt und gewogen wurde.

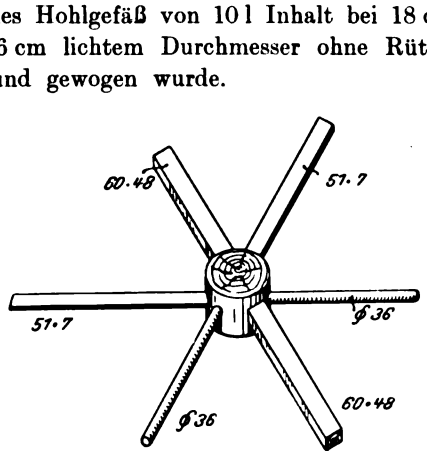


Abb. 1. Versuchsstück zur Ermittlung der chemischen Einwirkung des Schotters auf Eisen und Holz.

Zur Ermittlung der chemischen Einwirkung des Schotters auf Eisen und Holz wurden in kurze Holzstammabschnitte von etwa 22 cm Durchmesser und 16 cm Höhe gemäß Abb. 1 je zwei Flacheisen von 5,1 × 0,7 cm, zwei Rundeisen von 3,6 cm Durchmesser und zwei aus imprägnierten Eisenbahnschwellen geschnittene Stäbe aus Buchen- und Kiefernholz von etwa 6,0 × 4,8 cm Querschnitt eingesetzt. Die so gewonnenen Versuchsstücke wurden im Freien auf Zementbeton gelagert und nach Maßgabe der Abb. 2 mit Schotter überdeckt.

Um den Zusammenhang der Porigkeit der Schlacken mit deren Einwirkung auf Eisen und Holz und gleichzeitig das Verhalten des Schlackenschotters in dieser Beziehung im Vergleich mit Kiesschotter festzustellen,

Abb. 2. Ermittlung der chemischen Einwirkung des Schotters auf Eisen und Holz.

wurden gleich ausgeführte Versuchsstücke mit porigem und dichtem Schlackenschotter und mit Kies von 7 bis 35 mm Körnung bedeckt. Die Versuchsstücke wurden von Zeit zu Zeit abgedeckt und die Beschaffenheit der Eisen- und Holzstücke bzw. die etwa eingetretenen Veränderungen festgestellt.

Für die Zertrümmerungsversuche nach Rudeloff, die wegen des damit verbundenen großen Zeitaufwandes lediglich auf die Schlackensorten II, V, VIII und IX und die Bruchsteine 4 und 8 (Basalt und Granit) beschränkt wurden, wurde der Schotter durch Siebung in die Körnungen 2,3 bis 3,2, 3,2 bis 5,0 und 5,0 bis 7,5 cm zerlegt und jede dieser Körnungen für sich untersucht auf Widerstandsfähigkeit gegen den Schlag mit der Stopfhacke, gegen stoßweise wirkende Druckbelastung (Schwellendruck) und gegen allmählich gesteigerten Druck.

Die letzten Versuche dienten gleichzeitig zur Ermittlung des Verhaltens des Schotters gegen Nässe und Witterungseinflüsse. Sie wurden deshalb angestellt

1. mit trockenem Schotter;
2. mit Schotter, der etwa vier Wochen in Wasser gelegen hatte;
3. mit nassem Schotter, der 25mal bei durchschnittlicher Temperatur von — 15° ausgefroren war, in gefrorenem Zustande;

Digitized by Google

4. mit nassem Schotter, der 25 mal bei durchschnittlicher Temperatur von — 15° ausgefroren war, in aufgetautem Zustande.

Zur Bestimmung der Widerstandsfähigkeit gegen den Schlag mit der Stopfhacke wurden etwa 5 kg Schotter gleicher Körnung in einen starkwandigen Holzkasten eingebracht und unter einem Fallwerk einer bestimmten Anzahl von Schlägen ausgesetzt. Der Fallbär trug einen eisernen Beschlag von Form und Abmessungen einer Stopfhacke (Abb. 3). Nach Ausübung von 207 mkg Schlagarbeit wurde das Gut einer Siebanalyse auf den Sieben von 0,6, 1,2, 1,9, 2,5, 3,2, 5,0 und 7,5 cm Maschenweite unterworfen und die Rückstände zwischen je zwei Sieben bestimmt. Nach beendeter Siebung wurden alle Korngrößen des Werkstoffes wieder durcheinandergemischt und zur Fortsetzung der Versuche benutzt. Die Widerstandsfähigkeit gegen den Schlag mit der Stopfhacke wurde auf diese Weise für 207, 621, 1242 und 1656 mkg Schlagarbeit ermittelt.

Die Widerstandsfähigkeit gegen stoßweise wirkende Druckbelastung (Schwellendruck) wurde mit der gleichen Vorrichtung festgestellt, nur daß der Beschlag

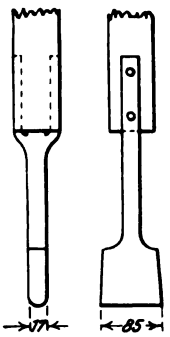


Abb. 3. Fallbär zur Prüfung auf Widerstandsfähigkeit gegen den Schlag mit der Stopfhacke.

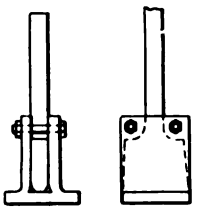


Abb. 4. Fallbär zur Prüfung auf Widerstandsfähigkeit gegen stoßweise wirkende Druckbeanspruchung.

der Fallbären gemäß Abb. 4 geformt war. Die Kastenfüllung wurde mit einer schweren Holzplatte bedeckt, damit sich beim Aufschlagen des Bären der Kleinschlag nur gegeneinander und gegen Holz reiben konnte. Zur Feststellung des Grades der Zertrümmerung wurden Siebanalysen nach 1585, 3170, 4754 und 7925 mkg Schlagarbeit mit dem gleichen Siebsatz, wie er oben beschrieben ist, ausgeführt.

Zur Prüfung der Beständigkeit gegen allmählich gesteigerten Druck wurde in einen zylindrischen eisernen Behälter von 12 cm lichtem Durchmesser (Abb. 5) so viel Schotter eingebracht, daß die Auffüllhöhe des eingerüttelten Schotters etwa 10 cm betrug. Der Untersuchungsstoff wurde mit Hilfe des eisernen Stempels bis 20000 kg belastet und der Grad der Zertrümmerung der Füllung durch Siebanalyse wie bei den anderen Bestimmungen festgestellt.

Die Versuche in der Trommel zur Bestimmung der Kanten- und Stoßfestigkeit wurden an allen Schotterproben durchgeführt. Zu diesem Zwecke wurden je 5 kg möglichst würfelförmiger Schotterstücke in eine drehbare Trommel mit gewelltem Mantel (Abb. 6) eingebracht und bei 52 Umdr./min $^1/_2$ st gekollert. Danach wurde das Gut ebenfalls einer Siebanalyse, und zwar auf den Sieben von 0,6, 1,0, 1,5, 3,0, 7,0, 15,0 und 25,0 mm Maschenweite, unterworfen.

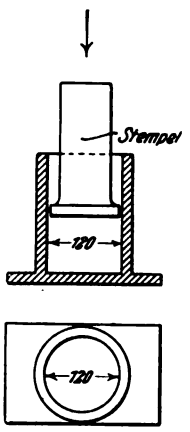


Abb. 5. Zylindrischer eiserner Behälter zur Prüfung auf Widerstandsfähigkeit gegen stetig gesteigerten Druck.

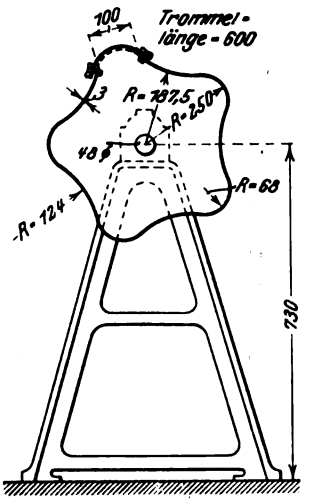


Abb. 6. Trommel für die Prüfung auf Kanten- und Stoßfestigkeit.

Die Versuchsergebnisse sind in den Zahlentafeln 1 bis 7 verzeichnet. Ihre Veröffentlichung wurde in der letzten Sitzung des Ausschusses für Untersuchung von Hochofenschlacke am 9. Juli 1926 beschlossen.

Die chemische Zusammensetzung der Schlacken ist aus Zahlentafel 1 ersichtlich.

Zahlentafel 1.
Chemische Zusammensetzung der Schlacke.

Schlacke Nr.	SiO_2 %	Al_2O_3 %	CaO %	MgO %	Fe %	Mn %	SO_3 %	S %	P_2O_5 %
I	34,6	9,5	35,9	10,2	0,6	3,0	0,2	1,3	0,03
II	35,6	9,1	37,9	7,7	0,7	2,7	0,3	1,3	Spuren
III	34,4	11,5	40,2	3,7	0,8	3,5	0,1	1,5	0,25
IV	33,9	10,2	39,4	9,6	0,4	1,4	0,1	1,3	Spuren
V	33,3	10,0	39,8	10,1	0,5	1,2	0,2	1,3	Spuren
VI	34,9	11,0	40,2	4,3	1,7	3,1	0,2	1,3	0,34
VII	33,8	12,0	43,4	6,4	0,3	1,5	0,2	1,4	Spuren
VIII	32,3	10,9	43,3	5,4	0,6	2,8	Spuren	1,7	Spuren
IX	30,8	10,9	42,5	9,0	0,5	1,3	0,1	1,8	Spuren

Das Raumgewicht der Schlacken (Zahlentafel 2) liegt zwischen 1,140 und 2,950. Das Probegut gleicher Schlacken ist, wie aus den Einzelwerten hervorgeht, im Raumgewicht sehr verschieden; dieses Ergebnis ist indessen nicht überraschend, da das Gefüge der Schlacke ein und derselben Hütte, je nach den Verhältnissen, unter denen die Schlacke gewonnen, insbesondere abgekühlt wird, sehr verschieden sein kann. Rein äußerlich ist diese Verschiedenheit an der Größe und Menge der vorhandenen Poren zu erkennen. Soweit nach dem Augenschein zu beurteilen war, enthielt die wenigsten porigen Stücke Schlacke VIII, einen etwas höheren Gehalt an solchen hatte Schlacke III, die meisten „schwammig" erscheinenden Stücke enthielt Schlacke VI, Schlacke IX zeigte etwa zur Hälfte dichte, zur Hälfte mehr oder weniger porige Stücke. Von der Mittelbildung der Raumgewichtswerte ist wegen der großen Schwankungen der Einzelwerte Abstand genommen worden.

Digitized by Google

Zahlentafel 2. Ergebnisse der Prüfung der Schotterstoffe auf Bruchflächenbeschaffenheit, Raumgewicht und spezifisches Gewicht.

	Bezeichnung der Probe	Bruchflächenbeschaffenheit			Raumgewicht		Spezifisches Gewicht kg/l	Raumgewicht d. Schotters[1]	
		Gefüge	Bruch	Farbe	Versuch Nr.	kg/l		kg/10 l	kg/l
Hochofenschlacke	I	Gleichförmig feinkristallinisch teils schwammig-porig, teils kaum porig, fest	Unregelmäßig	Grau	1 2 3 4	1,877 2,840 2,059 2,917	3,020	12,70 12,66 12,68	1,270
	II	wie I	Unregelmäßig	Grau	1 2 3 4	2,112 2,883 2,022 2,629	3,030	12,40 12,45 12,42	1,240
	III	Gleichförmig feinkristallinisch schwach- bis starkporig, fest	Unregelmäßig	Hell- bis dunkelgrau	1 2 3 4	2,930 2,649 2,490 2,880	3,030	13,67 13,72 13,69	1,370
	IV	Gleichförmig feinkristallinisch schwammig-porig, fest	Unregelmäßig	Grau	1 2 3 4	2,571 2,740 2,410 2,749	3,030	13,25 13,28 13,32	1,330
	V	Gleichförmig feinkristallinisch schwach- bis starkporig, fest	Unregelmäßig	Grau	1 2 3 4	2,805 2,075 2,109 2,797	2,970	12,68 12,72 12,74	1,270
	VI	Gleichförmig feinkristallinisch schwammig-porig, fest	Unregelmäßig	Grau	1 2 3 4	2,568 2,692 2,789 2,852	3,040	12,94 12,96 13,00	1,300
	VII	Gleichförmig feinkristallinisch schwammig-porig, fest	Unregelmäßig	Grau	1 2 3 4	2,027 2,372 1,958 1,836	3,060	13,40 13,37 13,39	1,400
	VIII	Gleichförmig feinkristallinisch schwammig-porig, fest	Unregelmäßig	Grau	1 2 3 4	2,948 2,474 2,950 2,889	3,070	14,52 14,55 14,50	1,450
	IX	Gleichförmig feinkristallinisch teils dicht, teils blasig-porig	Unregelmäßig	Grau bis dunkelgrau	1 2 3 4	2,904 2,838 2,499 2,462	3,140	13,40 13,44 13,45	1,340
Bruchstein	1 Basalt	Gleichförmig feinkristallinisch fest	Unregelmäßig scharfkantig	Grau	—	Mittel 2,862	2,913		
	2 Grauwacke	Gleichförmig feinkristallinisch fest	Unregelmäßig	Grau	—	Mittel 2,645	2,740	13,95 14,00 14,02	1,400
	3 Piesberger Kleinschlag	Gleichförmig, fein- bis grobkristallinisch, fest	Unregelmäßig	Grau	—	Mittel 2,565	2,703		
	4 Basalt	Gleichförmig feinkristallinisch fest	Muschelig	Grau	—	Mittel 2,938	2,941	15,18 15,24 16,20	1,520
	5 Melaphyr	Gleichförmig feinkristallinisch fest	Muschelig	Dunkelgrau	—	Mittel 2,616	2,740		
	6 Basalt	Gleichförmig feinkristallinisch fest	Unregelmäßig	Grau	—	Mittel 3,023	3,061		
	7 Basalt	Kristallinisch-feinkörnig bis dicht	Flachmuschelig scharfkantig	Schwarzgrau	—	Mittel 3,054	3,077		
	8 Granit	Kristallinisch, körnig	Unregelmäßig rauh scharfkantig	Hellgrau gesprenkelt mit rostfarbigen Flecken	—	Mittel 2,599	2,667	13,90 13,88 13,86	1,390

[1] Ermittelt am trockenen Probegut durch Einfüllen in ein 10-l-Gefäß.

Digitized by Google

Zahlentafel 3. Ergebnisse der Prüfung auf Wasseraufnahme.

Versuch	Wasseraufnahme in Gewichts-%																
	Schlacke Nr.									Bruchstein Nr.							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	1	2	3	4	5	6	7	8
1	2,3	1,3	1,3	5,5	3,0	6,5	7,1	1,8	2,7	0,2	0,2	1,1	0,4	1,6	0,4	1,2	0,5
2	6,8	4,1	1,5	2,4	5,1	3,2	6,7	3,4	3,2	0,8	2,6	0,9	0,2	1,2	0,4	0,3	0,6
3	1,5	4,3	1,1	1,3	0,5	1,2	4,1	1,4	1,4	0,5	0,7	2,8	0,6	0,7	0,6	0,4	0,5
4	0,1	0,8	0,5	5,1	0,9	2,5	0,9	0,5	2,6	0,3	0,3	0,5	0,7	0,7	0,6	0,3	0,5
5	4,6	6,2	2,3	3,3	0,8	0,8	1,8	1,6	3,3	0,3	0,8	2,7	0,6	0,2	0,5	0,5	0,8
6	0,9	0,8	0,8	0,8	4,4	0,4	2,0	1,0	2,6	0,5	1,9	0,6	0,6	1,0	0,3	1,3	0,5
7	0,2	0,5	0,7	3,1	—[1]	2,2	0,5	2,4	2,2	0,7	0,7	0,7	0,4	0,2	0,5	0,2	0,5
8	1,0	0,3	0,9	3,7	0,9	2,1	1,1	1,9	0,5	0,3	0,5	1,5	0,5	0,2	0,3	0,2	0,5
9	1,9	0,8	0,6	2,7	—[2]	1,3	1,8	2,0	0,3	0,4	0,5	0,9	1,4	0,4	0,3	0,5	0,5
10	1,6	3,3	1,1	1,0	2,1	7,5	1,8	2,7	1,2	0,3	0,5	1,0	0,7	0,5	0,3	0,4	0,8
Mittel	2,1	2,2	1,1	2,9	1,8	2,8	2,8	1,8	2,0	0,4	0,9	1,3	0,6	0,7	0,4	0,5	0,6

Zahlentafel 4. Ergebnisse der Prüfung des Schotters auf Wasseraufnahme und -abgabe.

Probegut		Gewicht des lufttrockenen Schotters kg/10 l	Gewicht nach 1stünd. Wasserlagerung kg	Wasseraufnahme		Gewicht in kg/10 l nach Lagerung an der Luft in Tagen							Gleichbleibendes Gewicht nach Tagen
				kg	%	1	2	3	4	5	7	12	
Hochofenschlacke	III	13,48	13,55	0,07	0,52	13,52	13,50	13,49	13,48	—	—	—	4
	IV	12,93	13,10	0,17	1,31	13,08	13,00	12,97	12,95	12,93	—	—	5
	VII	12,74	12,87	0,13	1,02	12,78	12,77	12,74	—	—	—	—	3
	IX	12,75	12,93	0,18	1,41	12,88	12,83	12,79	12,77	12,76	12,75	—	7
Bruchstein	3	12,75	12,90	0,15	1,18	12,82	12,78	12,76	12,75	—	—	—	4
	2	13,62	13,73	0,11	0,81	13,65	13,64	13,63	13,62	—	—	—	4
	4	14,25	14,35	0,10	0,70	14,29	14,26	14,25	—	—	—	—	3
	8	13,05	13,10	0,05	0,38	13,07	13,06	13,05	—	—	—	—	3
Kies (7 bis 25 mm)		13,75	14,00	0,25	1,82	13,98	13,91	13,89	13,87	13,86	13,84	13,75	12

Das spezifische Gewicht war übereinstimmend bei allen Schlacken rd. 3,0. Die Berechnung des Dichtigkeitsgrades aus dem Verhältnis Raumgewicht : spezifischem Gewicht ist nicht durchgeführt worden, weil die Einzelwerte der Raumgewichte zu weit auseinander lagen.

Das Raummetergewicht des Schlackenschotters (Zahlentafel 2) liegt im Mittel zwischen 1240 und 1450 kg, das des Bruchsteinschotters zwischen 1390 und 1520 kg.

Die Einzelwerte der Wasseraufnahmeprüfung (Zahlentafel 3) weisen bei den Schlacken nahezu die gleichen Abweichungen auf wie bei den natürlichen Gesteinen. Jedoch ist die Aufnahmefähigkeit der Hochofenschlacke durchschnittlich höher als die der Bruchsteine; die der Schlacke schwankt im Mittel zwischen 1,1 und 2,8% und die der Bruchsteine zwischen 0,4 und 1,3%.

Die Wasseraufnahme des Schlackenschotters schwankt nach Zahlentafel 4 zwischen 0,52 und 1,41%, die des Bruchsteinschotters zwischen 0,38 und 1,18%. Der Kies nimmt 1,82% Wasser auf. Der nasse Schlackenschotter ist bei Lagerung an der Luft in spätestens sieben Tagen, der nasse Bruchsteinschotter in spätestens vier Tagen, der nasse Kies jedoch erst nach zwölf Tagen wieder trocken.

[1] Nach 24stündiger Wasserlagerung zeigte die Probe merkliche Absandung.

[2] Nach 24stündiger Wasserlagerung begann die Probe zu zerrieseln. In etwa 6 Wochen war die Probe völlig zu Pulver zerfallen.

Sämtliche Proben der Frostversuche zeigten nach abwechselndem 25maligem Gefrieren bei durchschnittlich — 15° und Auftauen in Wasser von Zimmerwärme keine sichtbaren Veränderungen. Sie erlitten auch keine Gewichtsverluste (Zahlentafel 5).

Zahlentafel 5. Ergebnisse der Frostversuche[1].

Schlacke Nr.	Gewicht der Probestücke		Bruchstein Nr.	Gewicht der Probestücke	
	wassergetränkt	nach 25maligem Gefrieren		wassergetränkt	nach 25maligem Gefrieren
	g	g		g	g
I	441	442	1	453	453
II	371	372	2	614	614
III	351	351	3	429	429
IV	376	376	4	360	360
V	474	474	5	253	253
VI	439	449	6	537	538
VII	553	554	7	366	366
VIII	480	480	8	369	369
IX	434	434			

Zur Feststellung der chemischen Einwirkung auf Eisen und Holz bei Lagern im Freien wurden vergleichende Versuche mit Hochofenschlacken- und Bruchsteinschotter gemacht. Nach sechs Monaten waren übereinstimmend für alle Schlacken an den in sie eingebetteten Holzstücken keine sichtbaren Veränderungen eingetreten, während alle Eisenstäbe mit einer ziemlich starken Rostschicht überzogen waren. Auch bei den in

[1] Sämtliche Proben blieben äußerlich unverändert.

Digitized by Google

Bruchsteinschotter gelagerten Proben zeigte das Holz keine sichtbaren Veränderungen, während die Eisen ebenfalls mit einer Rostschicht bedeckt waren, die anscheinend etwas schwächer war als bei den in Hochofenschlacke verlegten Eisen. Nach einem Jahre waren sämtliche Proben im Vergleich zu den Beobachtungen nach sechs Monaten in ihrem Aussehen unverändert. Nach drei Jahren waren in sämtlichen Probestoffen die Holzstücke bis auf ein etwas dunkleres Aussehen unverändert geblieben. Die Rostbildung war bei sämtlichen Eisenstäben fortgeschritten, doch bei den in Bruchstein gelagerten anscheinend nicht so stark wie bei den in Schlacke verlegten; bei letzteren begann stellenweise die Rostschicht abzublättern. Bei der Schlacke IX war die Rostbildung am stärksten. Auch nach fünf Jahren hatte sich Beschaffenheit und Aussehen der Holzeinlagen nicht weiter verändert. Ein wesentlicher Unterschied im Rostgrad der in Schlackenschotter liegenden Eisen gegenüber den in Bruchsteinschotter gelagerten Eisen war nicht erkennbar. Nach siebeneinhalb Jahren waren die Langholzstücke (Buche und Fichte) bei allen Schlacken- und Bruchsteinsorten unverändert. Die Hirnholzstücke waren mit Ausnahme derjenigen in den Schlacken III, VII und VIII, deren Hölzer nur in den äußeren Jahresringen verdorben waren, meist bis auf den Kern zerstört. Nach dem Grade dieser Zerstörung ließen sich die Schottersorten in folgende Gruppen einordnen, beginnend mit den am wenigsten zerstörend wirkenden Sorten:

1. Gruppe: Schlacken III, VII und VIII;

2. Gruppe: Schlacken I, II, IV und V;

3. Gruppe: Schlacken VI und IX, Bruchsteine 2, 4 und 8.

Die Hölzer unter den Bruchsteinschotterproben 2, 4 und 8 waren etwa ebenso stark zerstört wie die unter den Hochofenschlacken VI und IX.

Die Eisenstücke waren bei allen Proben stark angegriffen und zeigten sichtbare Fortschritte des Rostansatzes gegenüber dem Zustande nach fünf Jahren. Soweit nach dem Augenschein beurteilt werden konnte, ließen sich nach dem Grade des Rostansatzes folgende Gruppen in der Reihenfolge des steigenden Rostansatzes unterscheiden:

1. Gruppe: Schlacken VII, VIII, III und V,

2. Gruppe: Schlacken I, II und IV, Bruchstein 2,

3. Gruppe: Schlacken VI und IX, Bruchsteine 4 und 8.

Die Versuchsergebnisse lassen erkennen, daß die Hochofenschlacken bei Lagerung im Freien in den ersten Jahren das Rosten der Eisen begünstigen, doch verliert sich dieser Einfluß allmählich und wird später unwirksam. Nach fünf Jahren ist der Rostansatz des Eisens bei Lagerung in Bruchstein- und in Hochofenschlackenschotter der gleiche.

Daneben wurden noch Vergleiche über die Einwirkung von poriger und dichter Schlacke und Kies auf Eisen und Holz angestellt. Die Holzstücke waren bei allen Proben nach sechs Monaten unverändert. Die Eisenstücke wiesen in den dichten wie auch porigen Schlacken eine schwache, in Kies eine starke Rostschicht auf. Einjährige Lagerung ließ an sämtlichen Proben keine weiteren Veränderungen erkennen.

Nach zwei Jahren war die Beschaffenheit der Holzeinlagen unverändert geblieben. Bei den porigen Schlacken waren die Flacheisen und umliegenden Schlackenstücke etwas feucht; die Rostbildung war anscheinend etwas fortgeschritten. Bei den dichten Schlacken waren sämtliche Eiseneinlagen wie auch die umliegenden Schlackenstücke trocken. Die Rostbildung war anscheinend schwach fortgeschritten, bei den Flacheisen an der Oberseite etwas mehr als bei den Rundeisen. Sämtliche Eiseneinlagen bei den in Kies gelagerten Proben waren ebenso wie der Kies naß. Die Rostbildung war an den Eisenstäben weiter fortgeschritten. Im allgemeinen war der Rost an den im Kies befindlichen Proben stärker als an den anderen. Nach drei Jahren war der Befund der Proben der gleiche. Die im Kies gelagerten Eisen waren etwas stärker gerostet als die in Schlackenschotter befindlichen. Im Verlauf von fünf Jahren war bei den in Schotter aus porigen Schlackenstücken und in Kies gelagerten Holzproben das Hirnholz stark angegriffen, das Langholz (Buche und Fichte) gut erhalten. Die Eisen waren stark angegriffen, wesentlich stärker gegenüber dem Zustande nach drei Jahren. Bei den in Schotter aus dichter Schlacke gebetteten Holzproben war das Hirnholz noch im wesentlichen leidlich, das Langholz noch gut erhalten. Der Rostansatz war im allgemeinen erheblich geringer als bei den Eisen unter poriger Schlacke und Kies.

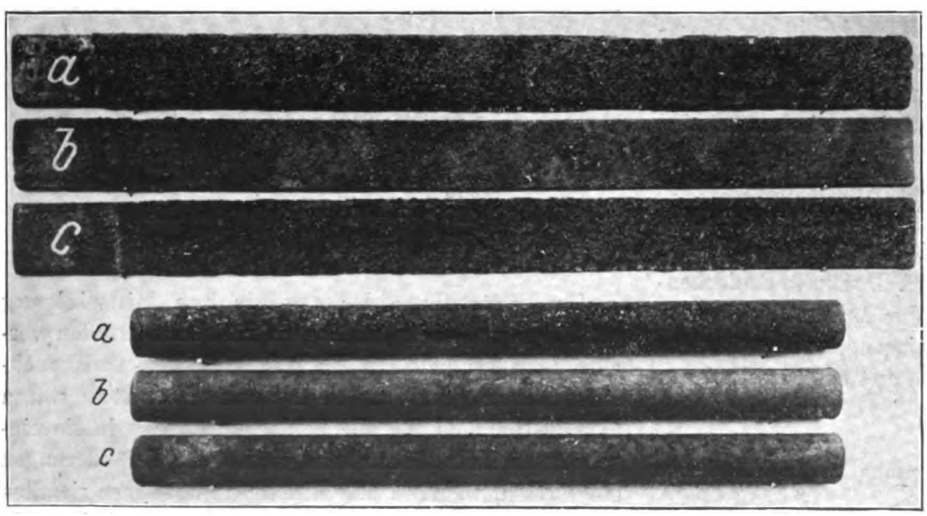


Abb. 7. Eisenproben nach fünfjähriger Lagerung im Freien.

Proben *a*: Bettung in poröser Schlacke. Proben *b*: Bettung in dichter Schlacke. Proben *c*: Bettung in Kies.

Abb. 7 zeigt den Zustand des Eisens bei dem Befund nach fünf Jahren. Das Versuchsergebnis beweist, daß Schotter aus dichter und sogar auch solcher aus poriger

Digitized by Google

Zahlentafel 6.

Ergebnisse der Prüfung auf Widerstandsfähigkeit gegen Zertrümmern nach dem Rudeloff-Verfahren[1].

Prüfungsart		Schlag mit der Stopfhacke Schlagarbeit 1242 mkg						Stoßweise Druckbeanspruchung Schlagarbeit 7925 mkg						Stetig gesteigerte Druckbeanspruchung bis 20000 kg					
Art des Probegutes		Durchgänge in % durch die Siebe mit einer Maschenweite von cm																	
		5,0	3,2	2,5	1,9	1,2	0,6	5,0	3,2	2,5	1,9	1,2	0,6	5,0	3,2	2,5	1,9	1,2	0,6
Hochofenschlacke	II	100,0	24,3	22,2	18,3	14,9	10,4	100,0	36,2	31,5	28,2	25,2	20,7	100,0	68,7	66,7	54,2	42,0	29,1
			75,7[2]	**2,1**	**3,9**	**3,4**	**4,5**		**63,8**	**4,7**	**3,3**	**3,0**	**4,5**		**31,3**	**2,0**	**12,5**	**12,2**	**12,9**
	V	100,0	17,2	14,9	12,7	9,4	6,6	100,0	29,6	25,8	22,9	20,5	1,47	100,0	78,7	69,7	54,9	42,9	29,5
			82,8	**2,3**	**2,2**	**3,3**	**2,8**		**70,4**	**3,8**	**2,9**	**2,4**	**3,1**		**21,3**	**9,0**	**14,8**	**12,0**	**13,4**
	VIII	100,0	26,1	20,3	13,6	10,0	6,0	100,0	30,3	24,2	18,7	15,6	11,8	100,0	66,8	55,6	47,9	33,8	18,7
			73,9	**5,8**	**6,7**	**3,6**	**4,0**		**69,7**	**6,1**	**5,5**	**3,1**	**3,8**		**33,2**	**11,2**	**7,7**	**14,1**	**15,1**
	IX	100,0	15,1	12,7	10,4	7,7	5,2	100,0	12,2	11,5	10,4	9,1	6,8	100,0	70,5	65,0	50,1	35,8	22,9
			84,9	**2,4**	**2,3**	**2,7**	**2,5**		**87,8**	**0,7**	**1,1**	**1,3**	**2,3**		**29,5**	**5,5**	**14,9**	**14,3**	**12,9**
Bruchstein	4	100,0	4,0	3,5	3,0	2,5	1,8	100,0	8,5	7,1	6,6	5,7	4,5	100,0	40,3	32,5	25,6	17,4	9,8
			96,0	**0,5**	**0,5**	**0,5**	**0,7**		**91,5**	**1,4**	**0,5**	**0,9**	**1,2**		**59,7**	**7,8**	**6,9**	**8,2**	**7,6**
	8	100,0	32,6	29,0	24,6	19,1	13,5	100,0	41,6	37,5	35,0	32,3	28,8	100,0	74,9	66,5	51,8	38,6	27,0
			67,4	**3,6**	**4,4**	**5,5**	**5,6**		**58,4**	**4,1**	**2,5**	**2,7**	**3,5**		**25,1**	**8,4**	**14,7**	**13,2**	**11,6**

Schlacke dem Kies hinsichtlich der Einwirkung auf das Rosten des Eisens überlegen ist.

Die Versuche wurden nach siebeneinhalb bzw. nach fünf Jahren abgebrochen, da die Verhältnisse als genügend geklärt angesehen wurden und keine nennenswerten Ergebnisse mehr zu erwarten waren.

Da die Wiedergabe sämtlicher Ergebnisse über die Widerstandsfähigkeit gegen Zertrümmern nach Verfahren Rudeloff eine Unmenge von Zahlenwerten und Tafeln bedingt hätte, die zu übersehen kaum möglich gewesen wäre, sind in Zahlentafel 6 nur die Ergebnisse der Versuche mit der Korngröße von 3,2 bis 5,0 cm zusammengestellt, da diese den im Eisenbahnbau verwendeten Abmessungen am nächsten kommt. Aus dem gleichen Grunde sind auch von den Ergebnissen der Prüfung auf Widerstandsfähigkeit gegen den Schlag mit der Stopfhacke und gegen stoßweise wirkende Druckbeanspruchung nur die der Versuche auf Zertrümmerung unter einer Schlagarbeit aufgeführt; ebenso ist die Wiedergabe der Ergebnisse der Prüfung bei gleichmäßig gesteigerter Druckbeanspruchung auf den trockenen Zustand der Schotter beschränkt worden. Diese Einschränkungen waren um so berechtigter, als die Ergebnisse der Prüfung der verschiedenen Korngrößen (2,3 bis 3,2, 3,2 bis 5,0 und 5,0 bis 7,5 cm) und der verschiedenen Zustände (trocken, wassersatt und ausgefroren) keine wesentlichen Unterschiede in dem Verhalten der Versuchsstoffe zueinander erkennen ließen. Zur besseren Veranschaulichung sind die Ergebnisse der Zahlentafel 6 in Abb. 8 bis 10 zeichnerisch dargestellt, wobei als Ordinaten die jeweiligen Gesamtdurchgänge durch die Siebe und als Abszissen die dazugehörigen Korngrößen eingetragen sind. Abb. 8 stellt die Ergebnisse der Schlagversuche mit der Stopfhacke unter 1242 mkg Schlagarbeit dar, Abb. 9 die Ergebnisse der Prüfung auf stoßweise wirkende Druckbeanspruchung von 7925 mkg, Abb. 10 den Grad der Zertrümmerung unter dem Druck von 20000 kg. Aus dem Verlauf der Schaulinien sind deutlich die Unterschiede in der Widerstandsfähigkeit der einzelnen Schotterstoffe gegen die genannten Beanspruchungen ersichtlich. Während der Basalt bei allen drei Prüfverfahren nach Rudeloff als am widerstandsfähigsten erscheint, erweist sich der

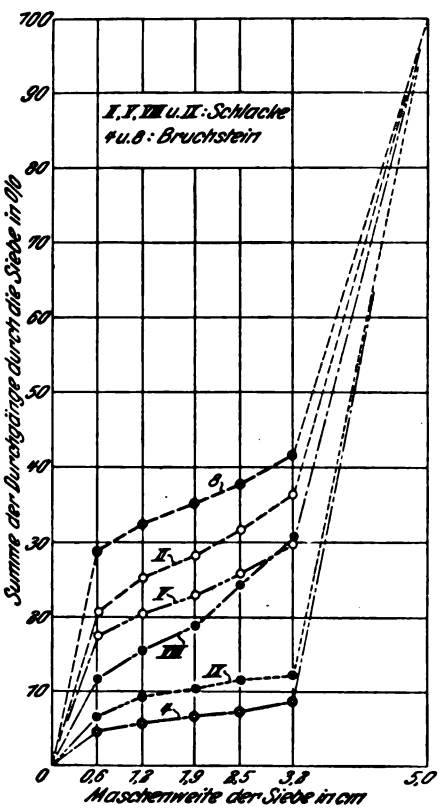


Abb. 8. Widerstandsfähigkeit gegen den Schlag mit der Stopfhacke nach Zahlentafel 6.

Granit gegen stoßweise Beanspruchung als am empfindlichsten, empfindlicher als alle geprüften Schlacken. Bei einfacher Druckbeanspruchung ist der Granitschotter den Schlacken II und V überlegen. Schlacke IX verhält sich gegen Stoß besser als Schlacke VIII, gegen Druck ist jedoch Schlacke VIII widerstandsfähiger als Schlacke IX. Dasselbe gilt von den Schlacken V und II. Die Wertung der Proben als Schotter wäre nach den vor-

[1] Mittel aus je zwei Versuchen. Korngröße des Probegutes vor dem Versuch 3,2 bis 5,0 cm.

[2] Die fettgedruckten Zahlen sind die Rückstände zwischen je zwei Sieben.

Digitized by Google

liegenden Ergebnissen, beginnend mit der besten Sorte, wie folgt:

gegen Stoß:	gegen Druck:
Basalt 4	Basalt 4
Schlacke IX	Schlacke VIII
Schlacke VIII	Schlacke IX
Sch.acke V	Granit 8
Schlacke II	Schlacke II
Granit 8	Schlacke V

Die Ergebnisse der Trommelversuche auf Kanten- und Stoßfestigkeit sind in Zahlentafel 7 und schauzeichnerisch in Abb. 11[1] wiedergegeben. Auch hier ist das unterschiedliche Verhalten der einzelnen Versuchsstoffe gut zu ersehen. Die Ergebnisse lassen sich für den

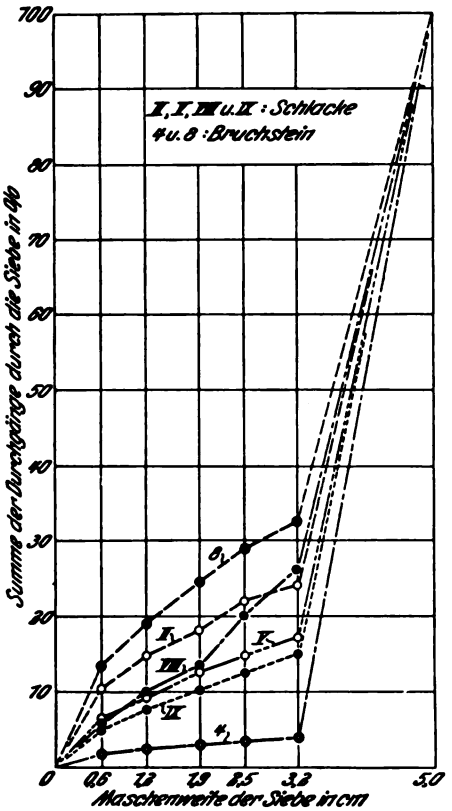


Abb. 9. Widerstandsfähigkeit gegen stoßweise Druckbeanspruchung nach Zahlentafel 6.

Hochofenschlackenschotter in bezug auf den Schotter aus natürlichen Gesteinen wie folgt zusammenfassen: Schlacke IX entspricht in ihrem Verhalten beim Kollern in der Trommel dem geprüften Melaphyr und Basalt mittlerer Festigkeit, die Schlacken VIII, VII und III entsprechen dem Piesberger Kleinschlag. Die Schlacken IV, V und VI sind der geprüften Grauwacke überlegen, während die Schlacken I und II ihr gleichwertig sind; alle untersuchten Schlacken sind jedoch in ihrem Verhalten bei der Beanspruchung auf Kanten- und Stoßfestigkeit dem Granit überlegen. Bei den Trommelversuchen ergibt sich ein gleiches Verhalten der Proben untereinander wie bei den Versuchen auf Widerstandsfähigkeit gegen den Schlag mit der Stopfhacke und die

[1] In der Abbildung ist, um diese nicht zu umfangreich zu gestalten, von der Auftragung der Siebdurchgänge der Körnungen über 2,5 cm abgesehen worden, zumal da auch die Fortführung der Schaulinien für die Bewertung der Ergebnisse bedeutungslos gewesen wäre.

stoßweise Druckbeanspruchung nach Verfahren Rudeloff.

Auf Grund der vorstehend besprochenen Versuchsergebnisse sind von dem Ausschuß zur Untersuchung der Verwendbarkeit von Hochofenschlacke „Richtlinien für die Herstellung und Lieferung von Hochofenschlacke zur Verwendung als Gleisbettungsstoff" aufgestellt worden, deren Entwurf in der Sitzung des Ausschusses vom 23. Februar 1921 genehmigt wurde. Diese „Richtlinien" fassen die für die Erzeugung und die Abnahme im Hinblick auf den besonderen Verwendungszweck zu stellenden Bedingungen in klarer und leicht anwendbarer

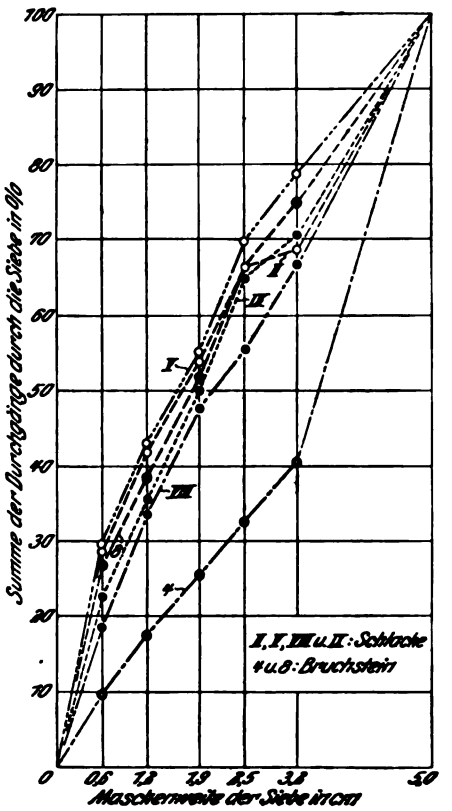


Abb. 10. Widerstandsfähigkeit gegen stetig gesteigerte Druckbeanspruchung nach Zahlentafel 6.

Zahlentafel 7. Ergebnisse der Trommelversuche.

Bezeichnung des Probestoffes		Rückstand in % zwischen den Sieben mit							
		cm Maschenweite				Maschen auf 1 cm²			
		—	2,5	1,5	0,7	4	16	60	120	—
Hochofenschlacke	I	69,5	13,1	1,0	0,1	0,0	0,1	0,1	16,1
	II	75,2	7,8	0,5	0,1	0,1	0,1	0,0	16,2
	III	74,9	12,8	1,0	0,1	0,1	0,0	0,0	11,1
	IV	79,2	6,1	0,6	0,0	0,1	0,0	0,1	13,9
	V	77,7	7,6	1,4	0,1	0,1	0,1	0,1	12,9
	VI	70,5	13,7	2,1	0,2	0,4	0,1	0,1	12,9
	VII	77,3	9,5	2,1	0,1	0,1	0,1	0,1	10,7
	VIII	66,1	21,3	2,4	0,3	0,2	0,1	0,1	9,5
	IX	80,6	10,3	0,8	0,1	0,1	0,0	0,0	8,1
Bruchstein	1	77,5	12,9	1,6	0,1	0,1	0,1	0,0	7,7
	2	65,4	16,3	2,8	0,2	0,2	0,1	0,1	14,9
	3	76,0	12,3	1,2	0,1	0,1	0,0	0,1	10,2
	4	88,7	6,3	0,9	0,1	0,0	0,0	0,1	3,9
	5	77,5	12,9	2,0	0,1	0,2	0,0	0,1	7,2
	6	85,9	8,9	0,5	0,1	0,0	0,1	0,1	4,4
	7	85,2	8,6	1,3	0,1	0,2	0,1	0,1	4,4
	8	69,3	10,0	1,4	0,1	0,1	0,2	0,4	18,5

Digitized by Google

Form zusammen. Der Reichsverkehrsminister hat mit Erlaß vom 5. Oktober 1922 verfügt, die ihm vom Ausschuß vorgelegten „Richtlinien" als Lieferungsgrundlage bei der Reichsbahn zu verwenden. Die in den „Richtlinien" enthaltenen Gütebestimmungen seien nachstehend wiedergegeben:

1. Der Kleinschlag muß als raum- und wetterbeständiger Schlacke von möglichst gleichmäßigem und dicht aussehendem Gefüge bestehen. Schlacken, die ein stark blasiges, schaumiges und glasiges Gefüge haben, sind von der Abnahme auszuschließen.

2. Der Kleinschlag soll möglichst würfelförmig und scharfkantig sein.

3. Die Korngröße, an den Kantenlängen gemessen, darf nicht unter 3 und nicht über 6 cm betragen.

4. Der Gehalt der Schlacke an Stücken mit glasigem Gefüge darf nicht mehr als 5% nach Raumteilen betragen.

5. Die Wasseraufnahme der Schlacke darf höchstens 3% des Gewichtes betragen; nach einer Lagerung von fünf Tagen an der Luft in einem überdeckten Raume von Zimmerwärme (18 bis 20°) muß wieder ein gleichbleibendes Gewicht erreicht sein.

6. Bei achttägiger Lagerung des Kleinschlages in Wasser dürfen höchstens 8% zerfallen bzw. zerrieseln.

7. Die Druckfestigkeit, ermittelt an aus der Schlacke herausgeschnittenen trockenen Würfeln, muß mindestens 1200 kg/qcm betragen.

8. Die Kanten- und Stoßfestigkeit des Kleinschlages aus Hochofenschlacke ist an der Abnutzung (Durchgang durch das 7-mm-Sieb) zu messen, die höchstens 20% des Gewichtes betragen darf. Im Streitfalle ist das schärfere, gleichartige Verfahren mit je fünf aus der Schlacke geschnittenen Würfeln von je 4 cm Kantenlänge anzuwenden. Hierbei darf die Abnutzung höchstens 10% des Gewichtes betragen. Das Ergebnis dieser Feststellung ist dann für die endgültige Beurteilung maßgebend.

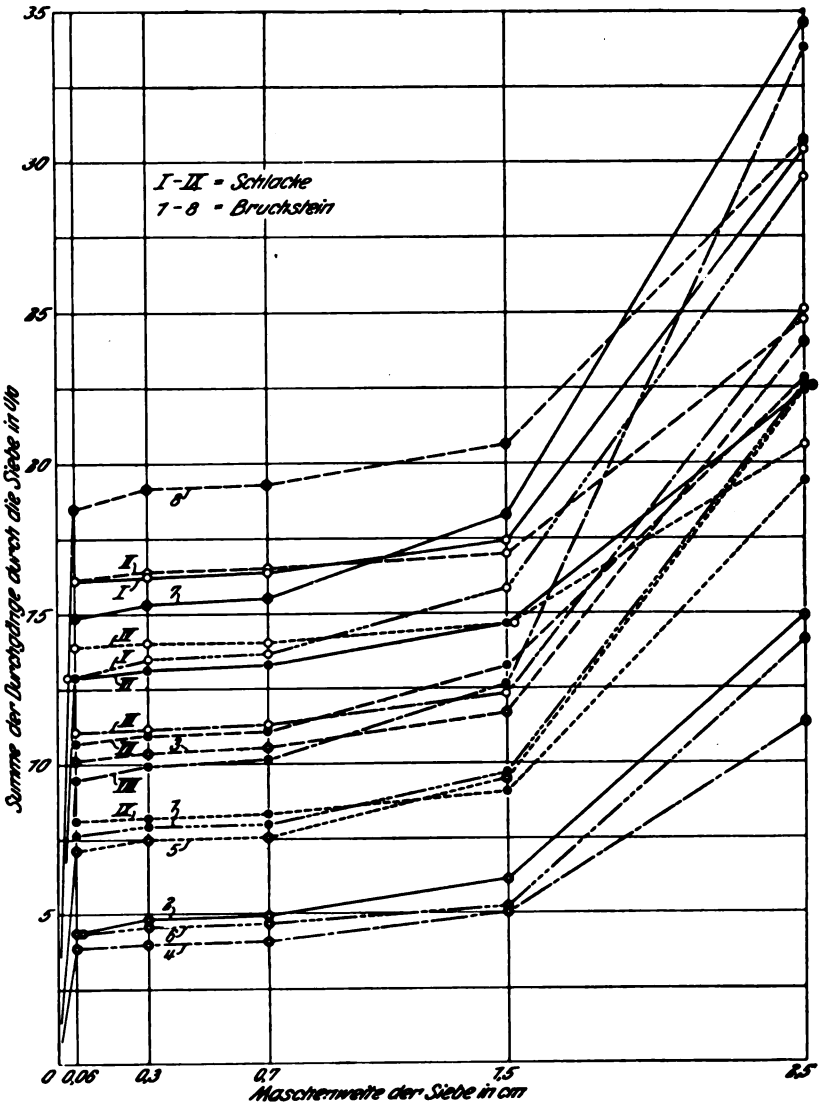


Abb. 11. Kanten- und Stoßfestigkeit nach Zahlentafel 7.

9. Das Raummetergewicht für Kleinschlag aus Hochofenschlacke ist für jede Lieferung amtlich festzustellen; es darf 1250 kg/cbm nicht unterschreiten.

Wie hieraus ersichtlich, beschränken sich die „Richtlinien" auf Forderungen in bezug auf Gefüge, Gestalt des Schotters (würfelförmig und scharfkantig), Korngröße, Gehalt an glasigen Stücken, Wasseraufnahme, Verhalten in Wasser, Druckfestigkeit, Kanten- und Stoßfestigkeit und Raummetergewicht. Auf die Widerstandsfähigkeit des Schotters gegenüber den Beanspruchungen im Betrieb (Schwellendruck usw.) ist in den Richtlinien nicht in vollem Maße Rücksicht genommen worden, obgleich es wünschenswert ist, daß auch bezüglich dieser Eigenschaft weitere Forderungen gestellt werden. Der beschriebene Druckversuch von Rudeloff ist geeignet, diesem Bedürfnis Rechnung zu tragen. Diese Prüfart ist um so zweckmäßiger, als hierbei auf die unter Umständen mit vielen Schwierigkeiten und Weitläufigkeiten verbundene Feststellung der Druckfestigkeit an Würfeln verzichtet werden könnte. Das Schneiden von Würfeln stößt in der Praxis insofern auf Schwierigkeiten, als das Probegut stets als Schotter angeliefert wird, aus dem sich geeignete Versuchsstücke meist gar nicht oder nur mit großem Arbeits- und Kostenaufwand herausschneiden lassen. Es können auch Fälle eintreten, in denen der Lieferung einzelne große Stücke beigefügt sind, die eine große Dichtigkeit und Druckfestigkeit aufweisen, während in dem angelieferten Schotter selbst viele weniger feste Stücke enthalten sind. Außer dem Vorteil, daß durch die Einführung der Druckprüfung nach dem Verfahren Rudeloff diese Unsicherheit beseitigt wird, besteht noch der große Vorzug, daß das Probegut nicht als Stoffprobe, sondern als fertiger Baustoff geprüft wird, im Ergebnis der Prüfung also auch der Form des Schotterstückes Rechnung getragen wird. Ein mehr plattiges Schotterstück, das als Oberbaustoff weniger geeignet ist, wird wegen seiner

Digitized by Google

spitz zulaufenden und leicht brechenden Kanten geringere Widerstandsfähigkeit besitzen als ein kubisches mit nahezu rechten Winkeln. Bei der Festsetzung einer zulässigen Höchstgrenze für den Grad der Zertrümmerung nach dem Druckversuch nach Rudeloff würden somit die mehr plattigen Schotterstücke als Ausgleich für die ungünstigere Form höhere Festigkeiten aufzuweisen haben als die kubisch gestalteten, um den gestellten Anforderungen zu entsprechen.

Zahlentafel 8.
Ergebnisse der Druckversuche nach Rudeloff[1].

	Probegut	Durchgänge in % durch die Siebe mit einer Maschenweite von cm					
		6,0	3,0	2,5	2,0	1,0	0,5
Hochofenschlacke	II	100,0	80,6	70,7	60,0	43,2	34,4
			19,4[2]	**9,9**	**10,7**	**16,8**	**8,8**
	VIII	100,0	76,4	66,2	51,4	32,7	23,1
			23,6	**10,2**	**14,8**	**18,7**	**9,6**
	IX	100,0	80,6	71,0	57,5	39,0	30,2
			19,4	**9,6**	**13,5**	**18,5**	**8,8**
Bruchstein	Granit (σ_b = 2840 kg/cm²)	100,0	79,2	64,7	50,9	29,6	18,9
			20,8	**14,5**	**13,8**	**21,3**	**10,7**
	Grauwacke (σ_b = 3 010 kg/cm²)	100,0	68,3	56,2	44,0	24,9	14,6
			31,7	**12,1**	**12,2**	**19,1**	**10,3**
	Trachyt (σ_b = 1360 kg/cm²)	100,0	85,5	77,7	67,1	46,3	30,7
			14,5	**7,8**	**10,6**	**20,8**	**15,6**

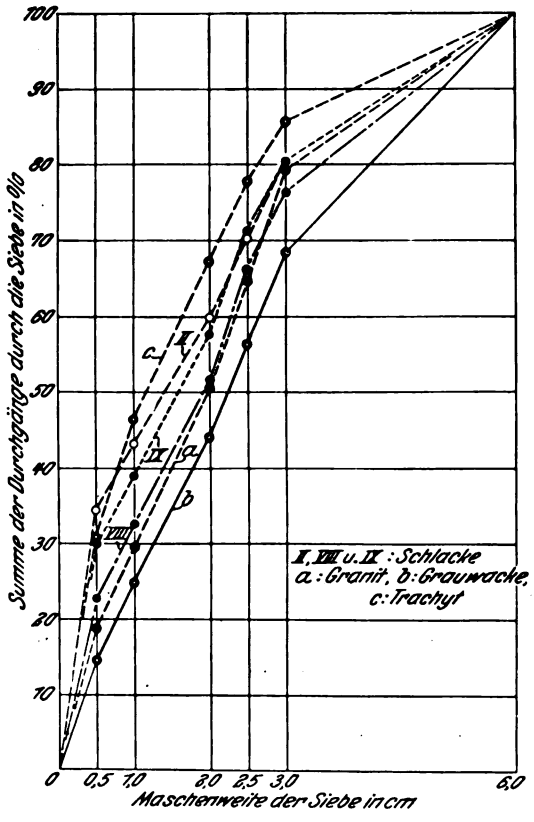


Abb. 12. Widerstandsfähigkeit gegen stetig gesteigerte Druckbeanspruchung nach Zahlentafel 8.

Um die zulässige Grenze der Zertrümmerung nach dem Verfahren Rudeloff zu ermitteln, haben die Verfasser Versuche nach dieser Richtung mit den Schlacken II, VIII und IX und vergleichsweise mit natürlichen Gesteinen von bekannter Druckfestigkeit durchgeführt. Das Korn der verwendeten Schotterstoffe lag zwischen 3 und 6 cm. Zum Vergleich dienten

Granit mit 2840 kg/cm² mittlerer Druckfestigkeit,
Grauwacke mit 3010 kg/cm² mittlerer Druckfestigkeit,
Trachyt mit 1360 kg/cm² mittlerer Druckfestigkeit.

Die Proben wurden entsprechend den früheren Versuchen mit 20000 kg gedrückt und der Grad der Zertrümmerung durch die Siebanalyse festgestellt. Die Ergebnisse sind in Zahlentafel 8 enthalten und in Abb. 12 zeichnerisch dargestellt. Da gemäß den Richtlinien für Hochofenschlackenschotter wie auch für Schotter aus Naturgestein eine Mindestdruckfestigkeit von 1200 kg/cm² vorgeschrieben ist, so würde der Trachyt in bezug auf Druckfestigkeit den an Schotter zu stellenden Anforderungen noch genügen.

Wie aus den Werten in Zahlentafel 7 ersichtlich ist, schwankt der Durchgang durch das 5-mm-Sieb für die drei Schlackensorten zwischen 23,1 und 34,4% und für die drei Bruchsteinsorten zwischen 14,6 und 30,7%. Nach den oben besprochenen Ergebnissen der im Auftrage des Ausschusses für Hochofenschlacke ausgeführten Druckversuche (Zahlentafel 6) liegt der Durchgang durch das 6-mm-Sieb für die vier geprüften Schlackensorten zwischen 18,7 und 29,5% und beträgt für die beiden Bruchsteinsorten (Basalt und Granit) 9,8 und 27,0%. Nach diesem Befunde würde man, wenn man für die Beurteilung des Grades der Widerstandsfähigkeit von Schotter gegen allmählich gesteigerten Druck (Schwellendruck) den Durchgang durch das 5- oder 6-mm-Sieb als maßgebend erachtet, 30 bzw. 35% Durchgang noch als zulässigen Wert für den Grad der Zertrümmerung gelten lassen können. Bei Anwendung rund gelochter Siebe mit Löchern von 5, 6 oder 7 mm Durchmesser müßte natürlich der zulässige Durchgang entsprechend geringer bemessen werden, und zwar für das

5-mm-Sieb zu 20%,
6-mm-Sieb zu 25%,
7-mm-Sieb zu 30%.

Legt man jedoch dieser Beurteilung den Durchgang durch das 7-mm-Sieb zugrunde, wie es in den Richtlinien für Gleisbettungsstoffe bei der Trommelprobe geschieht, so könnte man einen etwas größeren Durchgang zulassen, und zwar glauben die Verfasser auf Grund der vorliegenden Versuchsergebnisse als höchst zulässiges Maß für die Zertrümmerung beim Druckversuch einen Durchgang von 40% durch das 7-mm-Sieb vorschlagen zu können.

Nach dem heutigen Stande der Stoffprüfung, die durch ihre Versuchsverfahren lediglich die Stoffeigenschaften zu ergründen sucht unter bewußter Ablehnung der Nachahmung der Betriebsverhältnisse, sind die beiden anderen Verfahren von Rudeloff, Bestimmung des Widerstandes gegen stoßweise wirkende Druckbeanspruchung und gegen Schlag mit der Stopfhacke, als überholt anzusehen, abgesehen davon, daß sie außerdem umständlich und zeitraubend sind. Ein sicheres und brauchbares Mittel zur Feststellung der Wider-

[1] Mittel aus je 3 Versuchen. Korngröße des Probegutes vor dem Versuch 3,0 bis 6,0 cm.

[2] Die fettgedruckten Zahlen sind die Rückstände zwischen je zwei Sieben.

Digitized by Google

standsfähigkeit gegen Stoß ist in der Trommelprobe gegeben, die auch Eingang in die „Richtlinien" gefunden hat. Einer anderen Prüfart zur Ermittlung der Kanten- und Stoßfestigkeit wie etwa des von verschiedenen Seiten für diesen Zweck vorgeschlagenen, in Frankreich eingeführten Verfahrens Deval, dessen Ausführungsweise als bekannt vorausgesetzt wird, bedarf es nach Ansicht der Verfasser nicht, da das Ergebnis der Trommelprobe eine völlig ausreichende Beurteilung des Widerstandes von Schotter gegen Stöße sowie gegen die abnutzende Wirkung durch Schläge gestattet. Die Trommelprobe wird sogar in diesem Falle für geeigneter gehalten als die Devalprobe, weil sie als Prüfeinrichtung eine Trommel mit wellenförmig gestaltetem Mantel benutzt, wodurch eine stärkere Beanspruchung des Schotters bewirkt wird als in der Devaltrommel, die mit einem zylindrischen Mantel versehen ist.

Das über die Richtlinien für Gleisbettungsstoffe Gesagte gilt auch für die vom Ausschuß für Untersuchung von Hochofenschlacke zur Aufstellung in Aussicht genommenen „Richtlinien für die Herstellung und Lieferung von Hochofenschlacke als Straßenbaustoff", da die Anforderungen, die unter praktischen Verhältnissen an den Rohstoff gestellt werden, in beiden Fällen nahezu die gleichen sind. Auch hier dürften der Druckversuch nach dem Verfahren Rudeloff und der Trommelversuch eine wertvolle Ergänzung der Prüfungsbestimmungen in den genannten Richtlinien bilden.

Zusammenfassung.

Es wird über Vergleichsversuche mit neun Schlacken und acht Bruchsteinen berichtet, die sich auf die chemische Einwirkung der Schotterstoffe auf Eisen- und Holzschwellen, auf Wasser- und Frostbeständigkeit, Widerstandsfestigkeit gegen Schlag mit der Stopfhacke, Schwellendruck und gleichmäßig gesteigerten Druck nach Rudeloff und auf Trommelversuche erstrecken. Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, daß die geprüften Schlacken den meisten Bruchsteinschottern gleichwertig sind.

Es werden die vom Reichsverkehrsministerium aufgestellten „Richtlinien für die Herstellung und Lieferung von Hochofenschlacke zur Verwendung als Gleisbettungsstoff" mitgeteilt und daran der Vorschlag geknüpft, statt der Festigkeitsversuche an geschnittenen Würfeln den Druckversuch nach Rudeloff einzuführen. Für den zulässigen Grad der Zertrümmerung werden an Hand von Versuchen Zahlenwerte angegeben.

Vergleichsversuche mit Loch- und Maschensieben.

Von G. Saenger[1].

(Mitteilungen aus dem Staatl. Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem.)

Auf Anregung des Ausschusses für Korngrößenstufungen sind im Materialprüfungsamt vergleichende Siebversuche mit Loch- und Maschensieben durchgeführt worden, die eine Klärung der Frage herbeiführen sollten, welche Maschensiebe an Stelle bestimmter Lochsiebe zu benutzen sind, um die gleichen Siebergebnisse zu erzielen.

Für die Versuche wurden gelochte Siebe von 2,8 mm Blechdicke mit Löchern von 5, 7, 10, 15, 20, 30, 40 und 60 mm Durchmesser und zum Vergleich Drahtsiebe von 5, 7, 10, 15, 20, 30, 40 und 60 mm lichter Maschenweite benutzt. Als Siebgut dienten Sandkiesgemische und Splittschottergemische. Die Gemische waren vorher auf einem 60-mm-Lochsiebe abgesiebt. Die Versuche wurden, wie üblich, in der Weise ausgeführt, daß eine bestimmte Menge trockenen Gemisches auf den verschiedenen Sieben, beginnend mit dem feinsten Lochsieb, abgesiebt wurde, wobei der Rückstand auf den einzelnen Sieben ermittelt wurde. Nach beendigter Siebung wurde das Siebgut wieder zusammengemischt und in der gleichen Weise einer Siebanalyse auf den Maschensieben unterworfen.

Die Ergebnisse der Siebungen sind in Tafel 1 verzeichnet und in Abb. 1 dargestellt. In der Abb. 1 sind auf der Abszissenachse die Lochweiten bzw. die Maschenweiten, auf der Ordinatenachse die jeweiligen Gesamtdurchgänge durch die Siebe aufgetragen. Diese Art der Auftragung hat den Vorzug, daß man sich von den gewählten Loch- bzw. Maschenweiten der Siebe unabhängig macht und aus den Schaulinien durch einfache senkrechte Projektion auf die Abszissenachse für jeden Punkt der Schaulinie diejenige Maschen- bzw. Lochweite finden kann, die einem bestimmten Siebdurchgang entspricht.

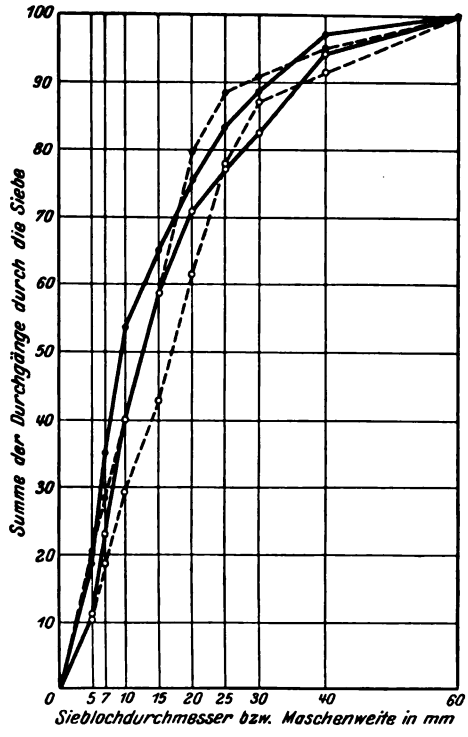
Man erkennt aus den Ergebnissen, daß, wie es auch nicht anders zu erwarten war, die Durchgänge durch die Maschensiebe wesentlich höher ausfallen als die durch die Lochsiebe mit dem Lochdurchmesser der entsprechenden Maschenweite, und zwar liegen die entsprechenden Siebwerte des Splittschottergemisches wesentlich weiter auseinander als die des Sandkiesgemisches. Die Abweichungen betragen beim Sandkiesgemisch 2,9 bis 13,7%, beim Splittschottergemisch 3,4 bis 18,5%. Dieses unterschiedliche Verhalten der beiden Stoffe bei der Vergleichssiebung ist durch die verschiedene Kornform gegeben. Ein splittrig, plattig oder keilförmig gebrochenes Gestein kann bei günstigem Auftreffen auf das Sieb gerade noch durch die Diagonale der Maschenweite fallen, während dieses bei einem runder ausfallenden Sand- oder Kieskorn nicht möglich ist. Ganz allgemein findet man jedoch bestätigt, daß beim Aussieben bestimmter Korngrößen mit Maschensieben wesentlich gröberes Siebgut erhalten wird als mit Lochsieben, deren Lochweiten den lichten Maschenweiten von Maschensieben entsprechen.

[1] Nach einem Bericht, erstattet auf der 2. Sitzung des Unterausschusses für Korngrößenprüfungen am 22. Nov. 1927 in Berlin. Original: Verkehrstechnik, 1928, Nr. 2, S. 24—26.

Digitized by Google

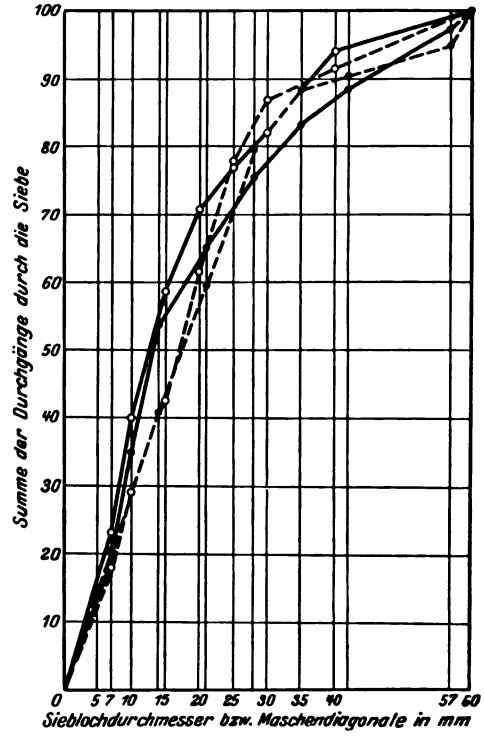
Tafel 1. Ergebnisse der Vergleichssiebungen mit Loch- und Maschensieben.

Versuch Nr.	Probestoff[1]	Gesiebt mit	Rückstand auf den Sieben bei den überschriebenen Lochweiten bzw. Maschenweiten in mm																	
			5		7		10		15		20		25		30		40		60	
			kg	%	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%
1	Sandkiesgemisch	Lochsieben	8,84	88,4	7,70	77,0	5,99	59,9	4,09	40,9	2,84	28,4	2,19	21,9	1,70	17,0	0,43	4,3	0	0
2			8,94	89,4	7,71	77,1	6,01	60,1	4,18	41,8	3,02	30,2	2,41	24,1	1,86	18,6	0,72	7,2	0	0
Mittel				88,9		77,1		60,0		41,4		29,3		23,0		17,8		5,8		0
				11,1[2]		**22,9**		**40,0**		**58,6**		**70,7**		**77,0**		**81,2**		**94,2**		**100**
1		Maschensieben	8,10	81,0	6,49	64,9	4,55	45,5	3,37	33,7	2,32	23,2	1,72	17,2	1,06	10,6	0,08	0,8	0	0
2			8,16	81,6	6,51	65,1	4,71	47,1	3,61	36,1	2,57	25,7	1,61	16,1	1,23	12,3	0,50	5,0	0	0
Mittel				81,3		65,0		46,3		34,9		24,5		16,7		11,5		2,9		0
				18,7		**35,0**		**53,7**		**65,1**		**75,5**		**83,3**		**88,5**		**97,1**		**100**
1	Splittschottergemisch	Lochsieben	8,96	89,6	8,10	81,0	7,15	71,5	5,72	57,2	3,89	38,9	2,23	22,3	1,33	13,3	0,90	9,0	0	0
2			8,95	89,5	8,18	81,8	7,05	70,5	5,78	57,8	3,84	38,4	2,22	22,2	1,27	12,7	0,80	8,0	0	0
Mittel				89,6		81,4		71,0		57,5		38,7		22,3		13,0		8,5		0
				10,4		**18,6**		**29,0**		**42,5**		**61,3**		**77,7**		**87,0**		**91,5**		**100**
1		Maschensieben	7,98	79,8	7,25	72,5	5,99	59,9	4,13	41,3	2,14	21,4	1,23	12,3	0,92	9,2	0,47	4,7	0	0
2			7,97	79,7	7,10	71,0	5,87	58,7	3,92	39,2	1,89	18,9	1,09	10,9	0,91	9,1	0,55	5,5	0	0
Mittel				79,8		71,8		59,3		40,5		20,2		11,6		9,2		5,1		0
				20,2		**28,2**		**40,7**		**59,5**		**79,8**		**88,4**		**90,8**		**94,9**		**100**



o ——o Sandkiesgemisch auf Lochsieb, ●——● Sandkiesgemisch auf Maschensieb, ● – –● Splittschottergemisch auf Maschensieb, o – –o Splittschottergemisch auf Lochsieb.

Abb. 1. Ergebnisse der Vergleichssiebungen mit Loch- und Maschensieben. Sieblochdurchmesser = lichte Maschenweite.



o——o Sandkiesgemisch auf Lochsieb, ●——● Sandkiesgemisch auf Maschensieb, ● – –● Splittschottergemisch auf Maschensieb, o – –o Splittschottergemisch auf Lochsieb.

Abb. 2. Ergebnisse der Vergleichssiebungen mit Loch- und Maschensieben. Sieblochdurchmesser = Maschendiagonale.

Es war vorauszusehen, daß diese Unterschiede in den Siebergebnissen wesentlich geringer würden, wenn man den Lochweiten der Blechsiebe nicht die lichte Maschenweite, sondern deren Diagonale einander gleichsetzen würde. Um dies zu veranschaulichen, sind in Abb. 2 die in Tafel 1 enthaltenen Siebergebnisse derart zeichnerisch dargestellt, daß auf der Abszissenachse die Lochweiten bzw. die Diagonalen der lichten Maschenweiten, auf der Ordinatenachse wieder die Gesamtdurchgänge durch die Siebe aufgetragen sind. Die Ergebnisse der Siebungen auf den Maschensieben von 5, 7, 10, 15, 20, 25, 30 und 60 mm lichter Maschenweite sind demnach auf der Abszissenachse entsprechend den Diagonalen dieser Maschenweiten bei 7, 10, 14, 21, 28, 35, 42 und 57 mm eingetragen. Beim Auftragen der Schaulinien sind diese für die Siebungen mit Maschensieben von der Abszisse 57 nach 60 gestrichelt gezeichnet, weil eine gradlinige Weiterführung der Schaulinie auf die Diagonale der Maschenweite von 60 mm fehlerhaft wäre, da tatsächlich gröberes Siebgut, als durch das 60-mm-Lochsieb fällt, im Probematerial nicht vorhanden war.

[1] Probemenge für den Einzelversuch 10 kg.

[2] Gesamtdurchgänge durch die Siebe.

Digitized by Google

Tafel 2. Ergebnisse der Vergleichssiebungen auf dem 7-mm-Lochsieb und 5-mm-Maschensieb[1].

Stoff	Sandkiesgemisch 1				Sandkiesgemisch 2				Splittschottergemisch			
Art des Siebes	7 mm Lochsieb		5 mm Maschensieb		7 mm Lochsieb		5 mm Maschensieb		7 mm Lochsieb		5 mm Maschensieb	
Versuch Nr.	Durchgänge durch die Siebe in kg bzw. %											
	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%	kg	%
1	2,74	68,4	2,65	66,3	2,68	67,0	2,63	65,7	1,79	44,6	1,69	42,3
2	2,64	66,1	2,53	63,1	2,83	70,6	2,73	68,1	1,28	31,9	1,24	31,0
Mittel		67,3		64,7		68,8		66,9		38,6		36,7
Abweichung der Siebergebnisse		+ 2,6		— 2,6		+ 1,9		— 1,9		+ 1,6		— 1,6

In Abb. 2 rücken die Schaulinien der Vergleichssiebungen gegenüber denjenigen in Abb. 1 erheblich zusammen. Die beiden Schaulinien des Splittschottergemisches überschneiden sich im unteren Verlauf sogar mehrfach, während bei dem gröberen Korn die Schaulinien der Maschensiebung tiefer liegen. Bei den Siebanalysen des Sandkiesgemisches liegen die Durchgänge durch die Maschensiebe durchweg unter denen der Lochsiebung. Die Abweichungen der Siebergebnisse betragen für die Sandkiesmischung 1,5 bis 7,5%, für das Splittschottergemisch 0 bis 6,7%.

Für die Praxis, die bei dem Aussieben des Brechgutes (in Siebtrommeln) bis jetzt fast ausschließlich Lochsiebe verwendet, sind in der Hauptsache diejenigen Maschenweiten von Bedeutung, die Lochsieben mit 5, 8 und 12 mm Lochdurchmesser entsprechen, da Siebe mit diesen Lochweiten beim Sieben von nassem Siebgut sich leicht verstopfen und so falsche Siebergebnisse liefern. Man siebt daher in der Praxis diese feineren Korngrößen mit Maschensieben, alle gröberen jedoch mit Lochsieben. Betrachtet man in Abb. 2 die Schaulinien bis zu diesem Bereich von 12 mm Lochdurchmesser, so findet man, daß die Ergebnisse der Siebungen des Splittschottergemisches auf den Loch- und Maschensieben sich nahezu decken, die Siebergebnisse des Sandkiesgemisches Abweichungen bis zu einem Höchstmaß von 5% aufweisen. Diese Übereinstimmung kann als ausreichend bezeichnet werden. Man hat somit in diesem Bereich die einfache Beziehung:

Sieblochdurchmesser = Diagonale der lichten Maschenweite.

Nach dieser Regel entspricht z. B. einem Lochsieb von 7 mm Lochdurchmesser ein Maschensieb von 5 mm lichter Maschenweite.

Um die Richtigkeit der gefundenen Beziehung zu erproben, wurden 2 weitere Sandkiesgemische und eine weitere Splittschottermischung einmal auf einem Sieb von 7 mm Lochdurchmesser gesiebt und der Durchgang durch dieses Sieb festgestellt. Alsdann wurde das Mischgut wieder zusammengemischt und auf einem Maschensieb von 5 mm Maschenweite gesiebt. Die Ergebnisse dieser Siebungen sind in Tafel 2 zusammengestellt. Die Durchgänge durch die Siebe liegen bei der Maschensiebung in allen 3 Fällen etwas tiefer als bei der Lochsiebung. Die Abweichung beträgt 1,9 bzw. 2,4% bei den Sandkiesmischungen und 1,6% bei der Splittschottermischung, eine völlig ausreichende Übereinstimmung der Siebergebnisse.

Tafel 3. Gegenüberstellung der zu bestimmten Lochsieben durch Versuch und Rechnung ermittelten Maschenweiten von Drahtsieben.

Lochdurchmesser des Blechsiebes mm	Durch Versuch gefundene Maschenweite in mm für		Mittel mm	Rechnerische Maschenweite in mm für Lochdurchmesser = Maschendiagonale
	Sandkiesgemisch	Splittschottergemisch		
5	2,9	2,6	3	3,5
8	6,2	5,5	6	5,7
12	9,0	8,6	9	8,5

Zu einer ähnlichen Bestätigung der gefundenen Beziehung gelangt man auch, wenn man aus den Schaulinien Abb. 1 die zu den Lochsieben von 5, 8 und 12 mm Lochdurchmesser entsprechenden Maschenweiten von Maschensieben ermittelt. Einem Lochsieb entspricht dasjenige Maschensieb, das die gleichen Siebdurchgänge aufweist. Sucht man z. B. diejenige Maschenweite, die einem Sieblochdurchmesser von 5 mm entspricht, so greift man auf der Abszissenachse Abb. 1 die Zahl 5 ab, geht senkrecht bis zu den Schnittpunkten der Schaulinien für die Lochsiebung der Sandkies- und Splittschottermischung, geht von diesen beiden Schnittpunkten parallel zur Abszissenachse bis zum Schnitt mit den entsprechenden Schaulinien der Maschensiebungen und findet so eine Maschenweite für die Sandkiessiebung von 2,9, für die Splittschottersiebung von 2,6 mm, im Mittel also eine lichte Maschenweite von 3 mm. Verfährt man entsprechend für die Sieblochweiten von 8 und 12 mm, so erhält man die in Tafel 3 zusammengestellten Werte, im Mittel Maschenweiten von 6 und 9 mm. Die rechnerischen Maschenweiten aus den Diagonalen von 5, 8 und 12 mm hätten Werte von 3,5, 5,7 und 8,5 ergeben, man findet also auch hier die Beziehung bestätigt:

Sieblochdurchmesser = Diagonale der lichten Maschenweite.

[1] Probemenge für den Einzelversuch 4 kg.

Digitized by Google

Versuche zur Bestimmung der Mahlfeinheit von Kohlenstaub.

Von H. Burchartz[1].

Die Versuche, die im Auftrag des Reichskohlenrats im Staatlichen Material-Prüfungsamt, Berlin-Dahlem, ausgeführt wurden, hatten den Zweck:

1. die Kornzusammensetzung (Mahlfeinheit) von Kohlenstaub zu bestimmen,
2. Aufschluß über die Beziehungen zwischen Kohlenart und deren Mahlbarkeit zu gewinnen,
3. festzustellen, ob und wieweit die Mahlfeinheit durch Bauart und Beschaffenheit der Mühlen bedingt ist,
4. ein Verfahren zur Bestimmung der Mahlfeinheit von Staubkohle ausfindig zu machen und
5. gegebenenfalls eine Siebnormung aufzustellen.

Hierbei sollten Kohlen verschiedener Art auf Mühlen verschiedener Bauart gemahlen werden, und zwar die gleiche Kohle auf verschiedenen Mühlen und verschiedene Kohlenarten auf derselben Mühle.

Leider war es nicht möglich, den zweiten Teil dieser Versuche durchzuführen; denn an den Stellen, an denen Kohle gemahlen wurde, stand nur eine Kohlensorte zur Verfügung. Infolgedessen soll eine weitere Versuchsreihe durchgeführt werden, wobei jede Kohlenprobe auf mehreren, und zwar immer den gleichen Mühlen vermahlen werden wird.

Der erste Teil des Planes konnte wenigstens insoweit durchgeführt werden, als an einer Stelle dieselbe Kohle auf zwei verschiedenen Mühlen gemahlen wurde.

Das Mahlen der Kohlen und die Entnahme von Kohlenstaubproben sollte in Gegenwart eines Angehörigen des Staatlichen Material-Prüfungsamtes an folgenden Stellen erfolgen:

a) Zeche Prosper I der Rheinischen Stahlwerke, Abt. Arenberg, Bottrop/Essen,

b) Zeche Friedrich-Ernestine (Stinnes-Zeche), Stoppenberg/Essen,

c) Zeche Heinrich, Überruhr,

d) Elektrizitätswerk der Bergischen Elektrizitätsversorgung bei Zeche Adler, Kupferdreh bei Essen,

e) Staatliches Hüttenwerk Halsbrücke in Halsbrücke bei Freiberg/Sa.

Zahlentafel 1. Ort der Probeentnahme, Art der vermahlenen Kohle und Bauart der verwendeten Mühle.

Ort der Probeentnahme	Zeche Prosper I, Rhein. Stahlwerke, Abt. Arenberg Bottrop/Essen	Zeche Friedrich-Ernestine (Stinnes-Zeche) Stoppenberg/Essen	Zeche Heinrich Überruhr	Elektrizitätswerk d. Berg. Elektriz.-Versorgung bei Zeche Adler, Kupferdreh bei Essen	Staatliches Hüttenwerk, Halsbrücke	
Nr.	1	2	3	4	5	6
Art der Kohle	Fettkohle	Fettkohle	Magerkohle	Gemisch aus Durchfallkohle und Flugkoks	Mitteldeutsche Braunkohle	
Art der Mühle	Schnelläufer-Schlagmühle, $n \sim$ 1450 Uml./min, 16 Tage in Betrieb	Dreiwalzen-Ringmühle, $n \sim$ 210 Uml./min, $^1/_2$ Jahr in Betrieb	Schnelläufer-Schlagmühle, $n \sim$ 1450 Uml./min	Rohr- (Kugel-) Mühle, $n \sim 30$ Uml./min. Seit Januar 1921 in Betrieb	Dreiwalzen-Ringmühle, $n \sim$ 210 Uml./min. Seit März 1924 in Betrieb	Roulette-Mühle[2] (stehende Kugelmühle), $n \sim 300$ Uml./min. Seit März 1924 in Betrieb
Zahl der Schlägerstufen	4	—	6	—	—	—
Schläger	1 Stufe mit 6 Vorschlaghämmern, 2 Stufen mit je 3 und 1 mit 6 Schaufelhämmern. Alle beweglich	—	Die beiden ersten Stufen mit je 4 Schlägern beweglich. 3 Stufen mit je 6 Schlägern fest	—	—	—
Kraftaufwand kW	5,5	15 (27 PS einschließlich Transmission und Dampfmaschine	12 PS	26	11[3]	13
Leistung zur Zeit des Betriebes kg/h	600	2000 bis 2500 volle Leistung	350 Nennleistung 400	1500	500	500

[1] Original: Archiv f. Wärmewirtschaft, Bd. 6, S. 9 (1925), Erste Berichtsfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates, Januar 1925.

[2] Stehende Welle mit 4 Mitnehmern und 4 Stahlkugeln.

[3] Einschließlich Pendelschieber, Magnetscheider, Becherwerk, Windsichter, Staubfilteranlage mit Klopfvorrichtung und 18 m langer Transportschnecke.

Die Einzelheiten der Probeentnahme durch den Berichterstatter sind aus Zahlentafel 1 ersichtlich. Mit Ausnahme von Probe Nr. 4, die aus dem Silo entnommen wurde, wurden die übrigen unmittelbar aus dem Betriebe gezogen. Der Kohlenstaub wurde in Blechgefäße von etwa 10 l Inhalt gefüllt und verlötet. Die Gefäße wurden

Digitized by Google

verschnürt und mit der Plombe des Material-Prüfungsamtes versehen.

Für die zu den Siebversuchen zu benutzenden Siebe wurden Siebgewebe mit 10000, 4900, 2500 und 900 Maschen auf 1 cm² aus dem Handel bezogen, ihre Drahtstärke und Maschenweite wurden bei hundertfacher linearer mikroskopischer Vergrößerung in zwei zueinander senkrechten Richtungen (A und B) gemessen. Die Ergebnisse sind in Zahlentafel 2 zusammengestellt. Daraus geht hervor, daß die Drahtstärke in beiden Richtungen für alle Gewebe kleiner als die Maschenweite, daß aber ihr Verhältnis zueinander verschieden ist. Dieses Verhältnis beträgt im Mittel für

10000 = Maschengewebe	0,043 : 0,057	oder	1 : 1,3
4900 = „	0,053 : 0,091	„	1 : 1,7
2500 = „	0,073 : 0,128	„	1 : 1,8
900 = „	0,109 : 0,231	„	1 : 2,1

Bezogen auf den Gesamtmittelwert, berechnet sich die kleinste und größte Abweichung der Einzelwerte vom Mittel für

	Drahtstärke	Maschenweite
das 10000 = Maschengewebe auf	+5 bis −5%	+37 bis −16%
„ 4900 = „ „	+8 „ −6%	+16 „ −16%
„ 2500 = „ „	+4 „ −7%	+11 „ − 7%
„ 900 = „ „	+4 „ −5%	+12 „ −13%

Berechnet aus Drahtstärke und Maschenweite, ergibt sich als Anzahl Maschen für das

10000 = Maschengewebe mit	10000,	Abweichung also	0 %
4900 = „ „	4802,	„ „	−2,0%
2500 = „ „	2500,	„ „	0 %
900 = „ „	880,	„ „	−2,2%

Die Abweichungen vom Sollwert liegen also innerhalb zulässiger Grenzen. Aus den Abb. 1 und 2 ist ersichtlich, daß die Maschen keine quadratische, sondern trapez-

Zahlentafel 2. Ergebnisse der Prüfung der Gewebe auf Drahtstärke und Maschenweite.

Probe	Drahtstärke						Maschenweite					
	Meßrichtung		Mittel	Gesamtmittel	Abweichung vom Mittel		Meßrichtung		Mittel	Gesamtmittel	Abweichung vom Mittel	
	A mm	B mm	mm	mm	%	%	A mm	B mm	mm	mm	%	%
					10000 = Maschengewebe.							
1	0,042	0,041					0,050	0,053				
	0,045	0,042	0,042				0,053	0,053	0,053			
	0,042	0,042					0,055	0,053				
2	0,045	0,043					0,060	0,060				
	0,045	0,043	0,044	0,043	+ 5	− 5	0,052	0,060	0,058	0,057	+ 37	− 16
	0,043	0,043					0,055	0,060				
3	0,045	0,043					0,058	0,058				
	0,045	0,043	0,044				0,058	0,078	0,059			
	0,045	0,043					0,055	0,048				
					4900 = Maschengewebe.							
1	0,053	0,055					0,096	0,088				
	0,054	0,055	0,054				0,091	0,110	0,095			
	0,053	0,053					0,095	0,088				
2	0,055	0,050					0,085	0,090				
	0,057	0,050	0,052	0,053	+ 8	− 6	0,093	0,100	0,093	0,091	+ 16	− 16
	0,050	0,050					0,090	0,098				
3	0,053	0,052					0,080	0,085				
	0,053	0,055	0,053				0,091	0,090	0,086			
	0,053	0,053					0,080	0,093				
					2500 = Maschengewebe.							
1	0,073	0,071					0,120	0,140				
	0,073	0,075	0,074				0,120	0,140	0,129			
	0,075	0,076					0,120	0,132				
2	0,072	0,068					0,120	0,130				
	0,070	0,071	0,070	0,073	+ 4	− 7	0,125	0,135	0,127	0,128	+ 11	− 7
	0,070	0,068					0,122	0,128				
3	0,072	0,072					0,120	0,133				
	0,075	0,075	0,074				0,125	0,142	0,127			
	0,073	0,076					0,120	0,120				
					900 = Maschengewebe.							
1	0,113	0,105					0,240	0,247				
	0,112	0,105	0,108				0,230	0,250	0,239			
	0,115	0,103					0,230	0,240				
2	0,110	0,105					0,235	0,230				
	0,112	0,108	0,109	0,109	+ 4	− 5	0,220	0,260	0,235	0,231	+ 12	− 13
	0,113	0,108					0,215	0,250				
3	0,113	0,108					0,200	0,210				
	0,111	0,108	0,110				0,222	0,225	0,219			
	0,111	0,108					0,220	0,240				

Digitized by Google

förmige Gestalt haben. Aus den Geweben wurden quadratische Siebe von 25 cm lichter Weite mit einem 10 cm hohen Holzrahmen gefertigt.

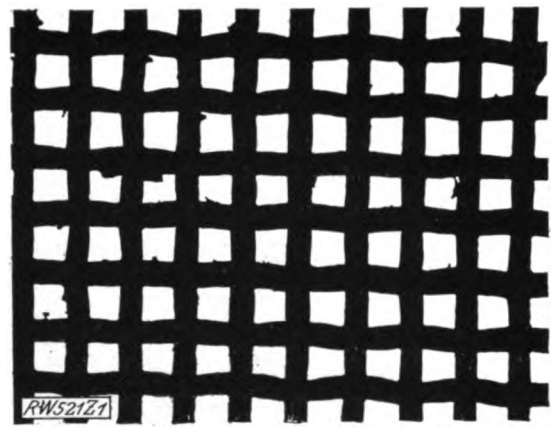


Abb. 1. 10000-Maschengewebe in 75facher Vergrößerung.

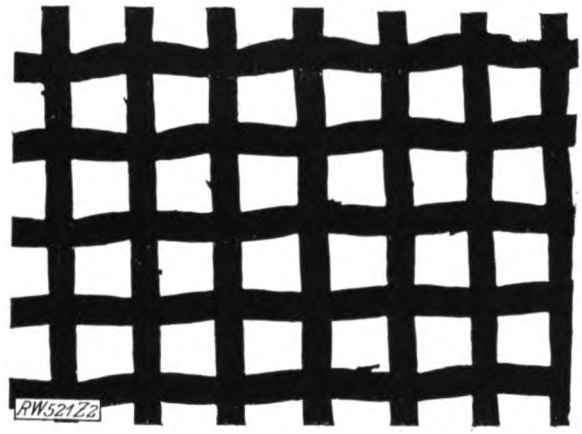


Abb. 2. 4900-Maschengewebe in 75facher Vergrößerung.

Vorversuche.

Die Vorversuche sollten über folgende Fragen Aufschluß geben:

1. Welchen Einfluß hat die Probemenge auf das Ergebnis des Siebversuchs?

2. Wie wird das Siebergebnis beeinflußt, wenn statt wie üblich mit dem feinsten Siebe mit dem gröbsten begonnen wird?

3. Welchen Einfluß hat die Dauer des Siebens auf das Ergebnis?

Zu diesem Zwecke wurden ausgeführt:

1. Siebversuche mit verschiedenen Mengen von Kohlenstaub (10, 25 und 50 g),

2. Siebversuche, bei denen statt mit dem feinsten mit dem gröbsten Siebe begonnen wurde,

3. Bestimmung der Rückstände nach 1, 2, 3, 4 und 5 Min. langem Sieben,

4. ein Siebversuch nach dem Verfahren des amerikanischen Bergbauamts zur Bestimmung des Feinheitsgrades von Staubkohle mit runden Sieben[1].

Dieses Verfahren besteht darin, daß 50 g lufttrockener Kohlenstaub auf das feinste Sieb (Nr. 200) gebracht und das Sieb ohne besondere Kraftanstrengung etwa 150mal in der Minute mit der einen Hand gegen die andere geschlagen wird. Nach je 25 Schlägen wird das Sieb um ungefähr $^1/_6$ einer Umdrehung in gleicher Richtung weitergedreht. Von Zeit zu Zeit wird scharf gegen den Siebrahmen geschlagen (geklopft). Das Sieben wird solange fortgesetzt, bis nicht mehr als 0,1 g in einer Minute durchfallen. Hierauf wird einmal scharf gegen die Siebwandung geschlagen, der auf dem Sieb verbleibende Rest entfernt, das Sieb umgedreht und sorgfältig mit einer Bürste gereinigt. Die dabei anfallenden Kohlenreste werden dem auf dem Siebe verbleibenden Rückstand hinzugezählt. Nach Säuberung des Siebes wird der Rückstand wieder auf das Sieb geschüttet und das Sieben solange fortgesetzt, bis nicht mehr als 0,05 g in einer Minute durchfallen. Ist das erreicht, so ist die Siebung beendet. Der Rückstand wird gewogen und auf den nächst gröberen Sieben (Nr. 140 und 100) abgesiebt, und zwar in derselben Weise wie beim Sieb Nr. 200; nur werden beim Sieb Nr. 100 der Rest und das durchgefallene Gut gewogen. Der Gesamtverlust beim Sieben soll 0,5 g nicht überschreiten. Dieser Verlust soll zu dem Anteil gerechnet werden, der durch das feinste Sieb gefallen ist.

Die Siebe haben kreisrunde Form und sind mit einem 5 cm hohen Blechrand versehen. Der Rand zwischen Gewebe und Rahmen ist mit Lötzinn ausgefüllt oder so angeordnet, daß sich das Siebgut nicht darin verfängt. Das Gewebe besteht aus Messing-, Bronze- oder einem sonst geeigneten Draht und ist glatt und ohne Vorzwängung auf dem Rahmen befestigt. Das Gewebe ist nicht nach Maschenzahl bestimmt, sondern nach abstrakten Nummern, für die bestimmte Maschenweiten und bestimmte Drahtdurchmesser vorgeschrieben sind; für die mittleren und Höchstwerte von Maschenweite und Drahtdurchmesser sind Abweichungen zugelassen.

Für die Versuche nach den amerikanischen Bestimmungen wurden nicht die vorgeschriebenen (runden) Siebe (Nr. 200, 140 und 100), sondern die quadratischen Siebe mit 10000, 4900, 2500 und 900 Maschen auf 1 cm² benutzt. Die Vorversuche wurden nur an einer Kohlensorte, nämlich Probe Nr. 1, vorgenommen.

Hierbei und bei den Hauptversuchen wurde das bei der Bestimmung der Mahlfeinheit von Zement übliche Verfahren angewendet. Eine abgewogene Menge Siebgut wurde zunächst auf das feinste Sieb gebracht und solange gesiebt, bis kein merklicher Durchgang mehr stattfand. Das erkannte man daran, daß auf einem weißen Papier, über dem gesiebt wurde, nur noch Spuren des Kohlenstaubes sichtbar wurden. Sodann wurde der Rückstand gewogen, auf das nächst größere Sieb gebracht und der Versuch in der gleichen Weise fortgesetzt. Außer den Rückständen wurde die Menge des Durchgangs festgestellt, damit aus dem etwaigen Unterschied zwischen Rückstand und Durchgang der Siebverlust ermittelt werden konnte. Die Dauer des Siebens auf jedem Siebe wurde vermerkt.

Bei allen Sieben wurde der Siebrahmen 135mal in der Minute mit der einen Hand gegen die Fläche der andern geschlagen. War die Hauptmasse des Siebgutes durchgegangen, so bürstete man die untere Seite des Siebes mit einer ziemlich weichen Stielbürste ab, um die etwa verstopften Maschen zu reinigen. Zwischendurch klopfte man gegen den Siebrahmen, um einen

[1] Vgl. diese Zeitschrift Bd. 5, S. 94. 1924.

Digitized by Google

schnelleren Durchgang des Siebgutes zu bewirken. Bürsten und Klopfen fand jedoch nur beim feinsten Siebe statt, und zwar wurde 75 mal geklopft und 4 mal gebürstet. Nach je 5 Schlägen wurde das Sieb um einen rechten Winkel (90°) gedreht.

Zahlentafel 3. Ergebnisse der Siebversuche mit verschiedenen Probemengen.
Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen.

Probemenge	Rückstände auf den Sieben mit 10000 Maschen auf 1 cm²	4900	2500	900	324	Durchgang durch das 10000-Maschensieb	Siebverlust	Gesamtdauer des Durchsiebens
	%	%	%	%	%	%	%	min
10	39,0 (10)[1]	26,0 (5)	17,0 (5)	5,0 (4)	1,0 (4)	44,0	17,0	28
						61,0		
25	40,0 (20)	25,2 (10)	14,8 (10)	4,8 (5)	0,8 (5)	54,8	5,2	50
						60,0		
50	39,2 (30)	24,6 (15)	15,0 (15)	4,8 (15)	0,8 (5)	53,0	7,8	80
						60,8		

Bei den Versuchen über den Einfluß der Siebfolge und der Dauer des Siebens wurde insofern von dem beschriebenen Verfahren abgewichen, als bei den ersteren mit dem gröbsten Siebe begonnen und bei den letzteren das Siebgut auf jedem Sieb erneuert wurde.

Zahlentafel 4. Ergebnisse der Versuche über den Einfluß der Siebfolge.
Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen. — Probemenge 10 g.

Maschen auf 1 qcm	324	900	2500	4900	10000
Rückstand auf dem Sieb %	1 (1,0)[2]	5,0 (5,0)	18,0 (17,0)	26,0 (26,0)	41,0 (39,0)
Durchgang %	99,0	92,0	69,0	56,0	29,0
Siebverlust %	0	3,0	13,0	18,0	30,0 (17,0)
Rückstand zwischen je zwei Sieben %	1,0	4,0	13,0	8,0	15,0	59,0

Die Mittelwerte sämtlicher Messungen sind in den Zahlentafeln 3 bis 6, die der Versuche 1 außerdem in Abb. 3 dargestellt. In allen Fällen wurden zwei Parallelversuche ausgeführt. Da die Ergebnisse der Einzelversuche gut übereinstimmten, so daß die Mittelwerte als durchweg zuverlässig angesehen werden können, sind die Einzelwerte nicht angegeben.

[1] Die Zahlen in den Klammern geben die Dauer des Siebens in Minuten an.

[2] Die Zahlen in den Klammern entsprechen den Ergebnissen der normalen Siebfolge.

Ergebnisse der Vorversuche.

Einfluß der Siebmenge (Zahlentafel 3 u. Abb. 3).

a) Der Rückstand auf jedem Sieb ist bei allen Siebgutmengen nahezu gleich. Nur bei der geringsten Menge (10 g) scheint er auf den gröberen Sieben etwas größer als auf den feineren zu sein.

b) Der Siebverlust ist bei 10 g Siebgutmenge größer als bei 25 und 50 g.

c) Die zum Absieben des Siebgutes erforderliche Zeit ist, wie zu erwarten war, um so länger, je größer die Siebmenge ist. Die kleinere Menge beansprucht aber verhältnismäßig mehr Zeit als die größere. Z. B. braucht man für 10 g Kohlenstaub auf dem 10000 Maschensieb 10 Min., für 50 g auf dem gleichen Sieb nur das Dreifache.

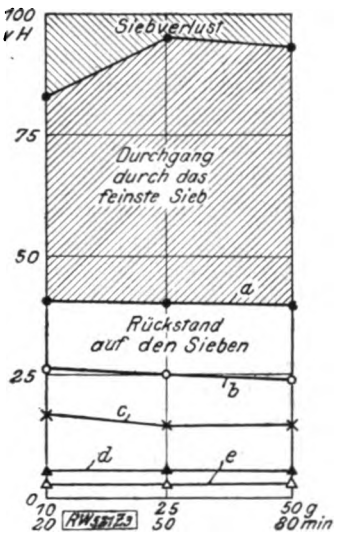


Abb. 3. Siebversuche mit verschiedenen Probemengen.
a Rückstand auf dem 10000 = Maschensieb; *b* Rückstand auf dem 4900 = Maschensieb; *c* Rückstand auf dem 2500 = Maschensieb; *d* Rückstand auf dem 900 = Maschensieb; *e* Rückstand auf den 324 = Maschensieb.

Einfluß der Siebfolge (Zahlentafel 4).

Bei Beginn des Siebversuches mit dem gröbsten Sieb ist der Rückstand auf den einzelnen Sieben nahezu ebenso groß wie beim Sieben in der normalen Siebfolge; doch ist der Siebverlust wesentlich höher.

Einfluß der Dauer des Siebens (Zahlentafel 5).

Erneuert man das Siebgut auf jedem Sieb, so ist bei dem feinsten Sieb nach 2 Min. langem Sieben fast das gesamte Gut, das durch dieses Sieb durchgehen kann, durchgegangen. Bei weiterem Sieben gehen nur noch geringe Mengen durch das Sieb. Nach 4 Min. ist Gleichgewichtzustand erreicht. Bei dem 4900-Maschensieb wird das Gleichgewicht schon fast nach 1 Min. erreicht, ebenso beim 900-Maschensieb.

Dieses Ergebnis kann hinsichtlich der Zeiten nicht verallgemeinert werden, sondern gilt nur für die im vorliegenden Fall angewendete Siebgutmenge von nur 10 g. Bei größeren Siebgutmengen muß man, um zu den gleichen Ergebnissen zu gelangen, entsprechend längere Zeit sieben.

Zahlentafel 5. Versuche über den Einfluß der Siebdauer. Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen.

Siebmenge g	10					10					10				
Maschen auf 1 cm²	10000					4900					900				
Dauer des Siebens min	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Rückstand %	74,0	42,0	40,0	39,0	39,0	28,0	26,0	25,0	24,0	24,0	5,0	4,0	4,0	0,0	—
Durchgang %	15,0	22,0	2,0	1,0	0,0	68,0	2,0	1,0	1,0	0,0	95,0	1,0	0,0	—	—
Siebverlust %	11,0	10,0	0,0	—	—	4,0	0,0	—	—	—	0,0	—	—	—	—

Deutsches und amerikanisches Verfahren (Zahlentafel 6).

Beide Verfahren führen zu gleichem Ergebnis, wie bei Anwendung gleicher Siebgutmengen zu erwarten war.

Digitized by Google

Zahlentafel 6.

Deutsches und amerikanisches Siebverfahren.

Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen. — Probemenge 50 g.

Maschen auf 1 cm²		10000	4900	900
Deutsches Verfahren	Rückstand %	39,2	24,6	4,8
	Durchgang %	53,0	14,6	19,8
	Siebverlust %	7,8	0,0	0,0
Amerikanisches Verfahren	Rückstand %	37,4	24,2	4,2
	Durchgang %	57,4	13,2	20,0
	Siebverlust %	5,2	0,0	0,0

Zusammenfassung der Vorversuche.

1. Die Siebgutmenge ist ohne wesentlichen Einfluß auf das Ergebnis des Siebversuches, soweit nur die Rückstände auf den Sieben in Betracht gezogen werden. Dennoch ist zugunsten der Zuverlässigkeit des Versuchsergebnisses von der Anwendung zu kleiner Siebgutmengen abzusehen.

2. Der Siebversuch, bei dem mit dem gröbsten Siebe begonnen wird, ist wegen des großen Siebverlustes als nicht genügend zuverlässig zu verwerfen.

3. Die Zeitdauer hat jedenfalls Einfluß auf das Siebergebnis. Man darf jedoch das Sieben nicht über eine gewisse Zeit ausdehnen, weil durch Abnutzung des Kornes Materialverluste entstehen können und die beobachtete Gewichtsverminderung des Rückstandes nicht die Folge von weiterem Durchgang, sondern der Abnutzung sein kann.

Daß auch bei Kohlenstaub durch Reibung der Materialkörner gegeneinander oder gegen das Siebgewebe eine Art Nachfeinung des Siebgutes entstehen kann, die den Versuchstoff feiner erscheinen läßt, als er wirklich ist, steht wohl außer Zweifel. Der Vorgang tritt wahrscheinlich vorwiegend bei den feinsten Sieben ein, weil das Sieben hier am längsten dauert. Hiersurch wird ein ungewollter Materialverlust erzeugt und ein Versuchsfehler in das Verfahren eingeführt, dessen Größe man nur dadurch einschränken kann, daß man das Sieben auf den Einzelsieben nicht zu lange fortsetzt.

Hauptversuche.

Diese Versuche betrafen die Mahlfeinheit von Kohlenstaub, der aus verschiedenen Arten Kohle auf Mühlen verschiedener Bauart gemahlen war; sie sollten auf Grund der Ergebnisse ein Urteil über die Mahlbarkeit der Kohlen gewinnen und feststellen lassen, wieweit die Mahlfeinheit durch die Bauart der Mühlen beeinflußt wird. Zu diesem Zwecke wurde Kohlenstaub von den entnommenen Proben aus zwei Fett- und zwei Magerkohlen sowie aus einer Braunkohle auf Sieben mit 10000, 4900, 2500 und 900 Maschen auf 1 qcm nach dem oben beschriebenen Verfahren abgesiebt.

Die Siebgutmenge betrug immer 50 g. Die Mittelwerte der Siebversuche sind nebst der zum Sieben benötigten Zeit in Zahlentafel 7 zusammengestellt; ferner sind in Abb. 4 die Rückstände auf den Sieben und in Abb. 5 der Siebverlust auf dem feinsten Sieb, der Durchgang durch das feinste Sieb, der Rückstand zwischen den einzelnen Sieben und der Rückstand auf dem gröbsten Sieb dargestellt.

Aus den Ergebnissen der Versuche ist folgendes zu ersehen:

Zahlentafel 7. Ergebnisse der Prüfung sämtlicher Kohlenstaubproben auf Mahlfeinheit.

Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen. — Probemenge 50 g. — Die fetten Zahlen sind die Rückstände zwischen je zwei Sieben.

Kohlenstaubprobe	Art der Kohle	Bauart der Mühle	Siebverlust %	Durchgang durch das feinste Sieb %	Rückstand auf den Sieben mit Maschen auf 1 cm²: 10000 (1) %	5000 (2) %	3500 (3) %	900 (4) %	324 (5) %	Rückstand auf dem gröbsten Sieb %
1	Fettkohle	Schnelläufer-Schlagmühle	7,8	53,0	39,2	24,6	15,0	4,8	0,8	
			60,8		**14,6**	**9,6**	**10,2**	**4,0**		**0,8**
2	Fettkohle	Dreiwalzen-Ringmühle	10,4	70,4	**19,2**	**3,6**	**0,6**	**0,0**	—	
			80,8		**15,6**	**3,0**	**0,6**	**0,0**		**0,0**
3	Magerkohle	Schnelläufer-Schlagmühle	4,6	36,6	58,8	42,2	29,4	9,6	2,2	
			41,2		**16,6**	**12,8**	**19,8**	**7,4**		**2,2**
4	Gemisch aus Durchfallkohle und Flugkoks	Rohr- (Kugel-) mühle	4,6	57,0	38,4	22,8	12,4	2,2	0,4	
			61,6		**15,6**	**10,4**	**10,2**	**1,8**		**0,4**
5	Braunkohle	Dreiwalzen-Ringmühle	5,2	60,0	34,2	16,4	6,4	0,6	0,2	
			65,8		**17,8**	**10,0**	**5,8**	**0,4**		**0,2**
6	Braunkohle	Roulette-Mühle	7,2	65,8	27,0	16,6	9,4	1,2	0,2	
			73,0		**10,4**	**7,2**	**8,2**	**1,0**		**0,2**

Probe	Siebzeit in Minuten						Gesamt-Siebzeit min.
1	—	—	30	15	15	15	5	80
2	—	—	45	15	15	—	—	75
3	—	—	30	30	30	15	10	115
4	—	—	30	30	20	10	5	95
5	—	—	45	25	10	5	2	147
6	—	—	45	25	20	10	3	163

Digitized by Google

1. Die höchste Mahlfeinheit hat Probe 2, gemahlen aus einer Fettkohle auf einer Dreiwalzen-Ringmühle, dann folgen mit abnehmender Mahlfeinheit:

Probe 6, Braunkohle, gemahlen auf einer Roulettemühle,
„ 5, Braunkohle, gemahlen auf einer Dreiwalzen-Ringmühle,
„ 4, Gemisch von Flugkoks und Durchfallkohle, gemahlen auf einer Rohrmühle,
„ 1, Fettkohle, gemahlen auf einer Schnelläufer-Schlagmühle,
„ 3, Magerkohle, gemahlen auf einer Schnelläufer-Schlagmühle.

2. Von den Proben 1 und 2, die beide aus Fettkohle, wenn auch nicht von gleicher Herkunft, gewonnen sind, ist Probe 2, und von den Proben 5 und 6, die aus der gleichen Braunkohle stammen, ist Probe 6 am feinsten gemahlen. Im ersten Falle wurde die feinere Mahlung auf einer Dreiwalzen-Ringmühle, im zweiten Falle auf einer Roulettemühle erzielt.

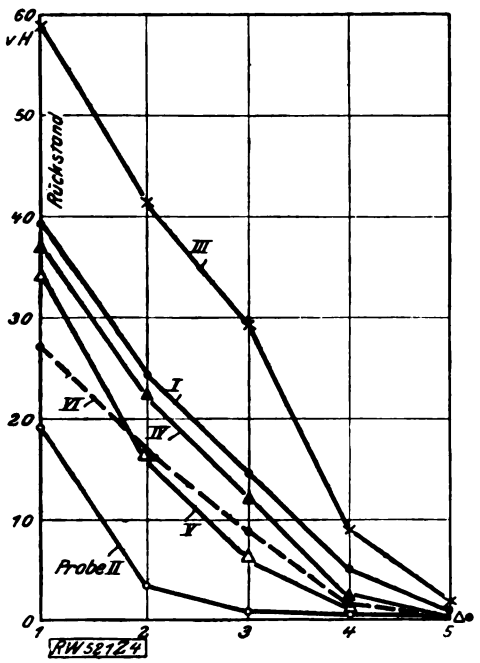


Abb. 4. Rückstand auf den Sieben.

Sieb	1	2	3	4	5
Maschen auf 1 cm²	10000	4900	2500	900	324

Mahlergebnisse der verschiedenen Mühlen angesehen werden. Daß aber die Mahlfeinheit von der Bauart der Mühlen in hohem Maß abhängt, scheint sicher[1]. Allerdings muß man dabei nicht die Mühle allein, sondern auch die Wirkung etwa mit der Mühle verbundener Windsichter berücksichtigen.

Welche Kohlenart sich am leichtesten mahlen läßt, kann man nach den vorliegenden Versuchsergebnissen nicht einwandfrei sagen. Die meiste Siebarbeit oder die längste Siebdauer beansprucht Kohlenstaub aus der Braunkohle. Bei den übrigen Kohlenarten scheinen keine wesentlichen Unterschiede in der Siebbarkeit zu bestehen.

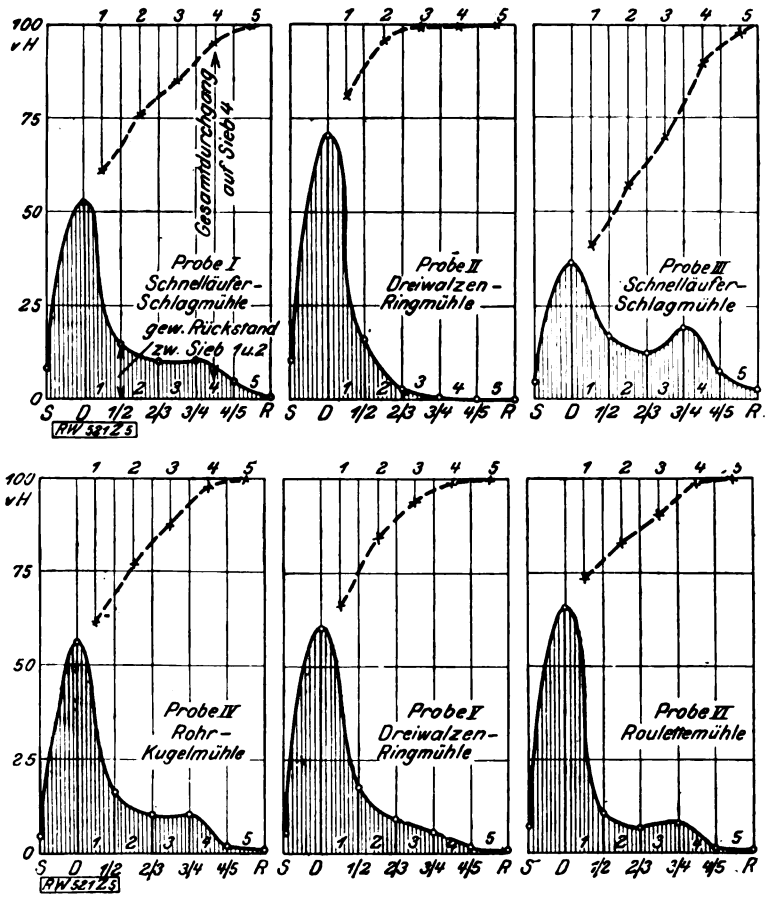


Abb. 5. Ergebnisse der Hauptversuche.
S Siebverlust; *D* Durchgang durch das feinste Sieb; *R* Rückstand auf dem gröbsten Sieb.
1/2 Rückstand zwischen Sieb 1 u. 2; 2/3 Rückstand zwischen Sieb 2 und 3;
3/4 „ „ „ 3 „ 4; 4/5 „ „ „ 4 „ 5.
——— gewogene Rückstände; — — — — Gesamtdurchgang.

Leider lassen sich hinsichtlich der Mahlbarkeit der verschiedenen Kohlenarten keine Schlüsse ziehen, da verschiedene Kohlenarten nicht auf derselben Mühle gemahlen wurden.

3. Die längste Siebdauer beanspruchten die Proben 5 und 6 (aus Braunkohle) mit 147 und 163 Min. Bei den übrigen Proben schwankte die Siebdauer zwischen 75 und 115 Min. Die kürzeste Zeit beanspruchte Probe 2, die allerdings auch am feinsten gemahlen war. Indessen fiel auf, daß diese Probe zum Absieben auf dem feinsten Siebe verhältnismäßig lange Zeit forderte.

Da über den Betriebszustand (Verschleiß usw.) der verschiedenen Mühlen keine genauen Feststellungen gemacht werden konnten, so dürfen die mitgeteilten Ergebnisse nicht ohne weiteres als kennzeichnend für die

Da die Vorversuche den Einfluß der Dauer des Siebens nicht ausreichend geklärt hatten, weil die Siebgutmenge nur 10 g betragen und sich die Prüfung nur auf eine Kohlenstaubprobe beschränkt hatte, wurde am 15. September 1924 in der Sitzung des Kohlenstaubausschusses beschlossen, weitere Versuche mit zunehmender Zeitdauer und größerer Siebgutmenge auszuführen und die Versuche auf eine größere Anzahl Proben auszudehnen. Diese Versuche wurden ebenfalls im Staatlichen Material-

[1] Anm. bei der Herausgabe des Sonderheftes VII: Vgl. hierzu: Rosin und Rammler, Feinheit und Struktur des Kohlenstaubes unter dem Einfluß von Mühlen- und Kohlenart. Fünfte Berichtsfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates [Auszug: Z. V. d. I. 71, S. 1 (1927), Zement Bd. 16, S. 871 (1927)].

Digitized by Google

prüfungsamt, Berlin-Dahlem, ausgeführt. Die Kohlenstaubproben dafür wurden so ausgewählt, daß sie sich im Grad der Mahlfeinheit besonders unterschieden, nämlich Proben 1, 2, 3 und 6. Die Siebgutmenge betrug 25 g[1].

Als Siebzeiten wurden gewählt

für das 10000-Maschensieb 5, 10, 15 und 20 Min.,
„ „ 4900-Maschensieb 5, 10 und 15 Min.,
„ „ 2500-Maschensieb 5 und 10 Min.

Die Ergebnisse sind in Zahlentafel 8 und Abb. 6 wiedergegeben. Sie lassen erkennen, daß schon nach 5 Min. die weitaus größte Menge des Siebgutes, und zwar auf allen Sieben durchgegangen ist. Nur bei der Probe 2, die besonders fein gemahlen war, trat nach 10 Min. noch ein merklicher Durchgang (5,4%) ein. Bei den übrigen schwankte der Durchgang durch das 10000-Maschensieb nach 10 Min. nur zwischen 0,8 und 2,6%, bei dem 4900-Maschensieb zwischen 0,8 und 1,6% und bei dem 2500-Maschensieb zwischen 0 und 0,8%. Danach würde bei Anwendung einer Siebgutmenge von 25 g für das 10000- und 4900-Maschensieb eine Siebdauer von 10 Min. ausreichen, um zu einem genügend zuverlässigen Siebergebnis zu gelangen. Bei den Sieben mit 2500 und 900 Maschen auf 1 cm² würde sogar eine Siebdauer von 5 Min. ausreichen.

Zahlentafel 8. Einfluß der Dauer des Siebens[2].
Mittelwerte aus je zwei Einzelversuchen. Probemenge 25 g.

Maschen auf 1 cm²	10000				4900			2500	
	Rückstand nach								
Kohlenstaubprobe	5	10	15	20	5	10	15	5	10
	Minuten								
	%	%	%	%	%	%	%	%	%
1	42,4 (57,6)	40,0 (2,4)	38,8 (1,2)	38,4 (0,4)	26,4 (73,6)	25,2 (1,2)	24,8 (0,4)	16,0 (84,0)	15,2 (0,8)
2	27,2 (72,8)	21,8 (5,4)	21,6 (0,2)	20,0 (1,6)	3,6 (96,4)	2,8 (0,8)	2,4 (0,4)	0,8 (99,2)	0,8 (0,0)
3	56,5 (43,5)	54,0 (2,5)	50,2 (3,8)	46,4 (3,8)	43,6 (56,4)	42,0 (1,6)	40,8 (1,2)	30,0 (70,0)	28,4 (1,6)
6	34,0 (66,0)	33,2 (0,8)	32,4 (0,8)	30,0 (2,4)	20,4 (79,6)	19,2 (1,2)	18,6 (0,6)	10,4 (89,6)	9,6 (0,8)

[1] Von größerer Siebgutmenge, z. B. 50 g, die bei Zementprüfungen üblich und auch nach dem amerikanischen Verfahren vorgeschrieben ist, wurde abgesehen, weil der Versuch zu zeitraubend gewesen wäre.

[2] Die Zahlen in Klammern bedeuten den Durchgang durch die Siebe.

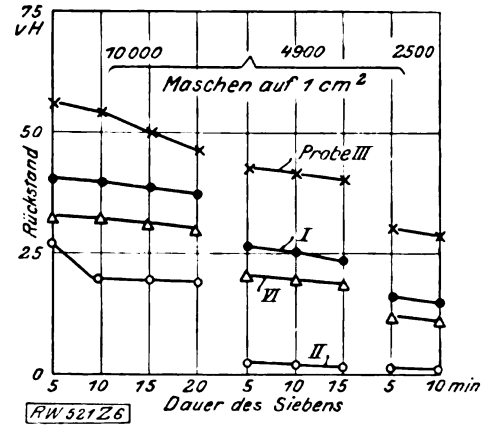


Abb. 6. Einfluß der Dauer des Siebens.

Nach den vorliegenden Versuchsergebnissen könnte etwa folgendes Verfahren für die einheitliche Prüfung von Kohlenstaub auf Mahlfeinheit vorgeschlagen werden:

25 g Kohlenstaub werden auf das feinste Sieb (mit 10000 Maschen auf 1 cm²) gebracht und 10 Min. lang gesiebt, wobei das Sieb 125mal in 1 Min. mit der einen Hand gegen die andere geschlagen wird. Nach je 25 Schlägen wird das Sieb in wagerechter Lage um einen rechten Winkel (90°) gedreht und mit der Hand dreimal kräftig gegen den Siebrahmen geklopft. Nach 3, 5 und 8 Min. wird die untere Fläche des Siebes mit einer weichen Stielbürste abgebürstet. Nach dem letzten Anklopfen wird der Rückstand auf dem Sieb unter Aufstoßen des geneigt gehaltenen Siebes auf eine feste Unterlage in eine Ecke des Siebes gebracht und zur Feststellung des Gewichtes in eine Porzellanschale geschüttet. Der Rückstand wird gewogen und auf das nächst gröbere Sieb (mit 4900 Maschen auf 1 cm²) gebracht und das Sieben in gleicher Weise, wie eben beschrieben, fortgesetzt. Der gleiche Vorgang wiederholt sich auf dem 2500- und 900-Maschensieb. Auf letzteren wird nur 5 Min. lang gesiebt. Bürsten und Klopfen findet hierbei nicht statt.

Ein Windsichtverfahren zur Bestimmung der Kornzusammensetzung staubförmiger Stoffe[1].

Von **H. W. Gonell**[2].

Die gebräuchlichsten Verfahren und die Grenzen ihrer Anwendbarkeit: Siebung, optisches Verfahren, Schlämmung und Absetzverfahren (Sedimentation), Windsichtung. — Beschreibung eines neuen Windsichters. — Versuchsergebnisse mit Zementmehl, Kohlenstaub und Wolframpulver. — Anwendungsgebiete.

Die Bestimmung der Kornzusammensetzung natürlicher und künstlicher staubförmiger Stoffe[3] erlangt

[1] Prof. H. Burchartz bin ich für sein reges Interesse und die Förderung der Arbeit zu besonderem Dank verpflichtet. Der Verein deutscher Ingenieure ermöglichte die Durchführung der Arbeit durch Bewilligung der Mittel zur Anschaffung der notwendigen Apparate, wofür auch an dieser Stelle gedankt sei.

[2] Original: Z. V. d. I. Bd. 72, Nr. 27, S. 945—50 (1928).

[3] Vielfach wird für staubförmige Erzeugnisse der Technik die Bezeichnung „Staub" angewandt. Mit dem Begriff Staub ist jedoch nach allgemeinem Sprachgebrauch der Begriff des Lästigen, Schädlichen unmittelbar verbunden. Es sollten daher nur die durch Naturgewalten, gewerbliche Tätigkeit, Straßenverkehr oder auf andere Weise als Abfall entstehenden staubförmigen Stoffe als „Staub" bezeichnet werden (natürlicher Staub, Gewerbestaub, Straßenstaub vgl. Meldau: Der Industriestaub. Berlin 1926). Zweckbewußt erzeugte staubförmige Stoffe sind dagegen zum Unterschied von dem lästigen Zufallsprodukt „Staub" ihrer Herstellung entsprechend zu bezeichnen, also durch Vermahlung gewonnene als „Mehle", durch Zerstäubung, auf chemischem Wege oder auf andere Weise erzeugte als „Pulver". Für ein

Digitized by Google

eine ständig steigende Bedeutung. Die Bewertung von Zement, Kohlenstaub, Ton, Farbstoffen, Metallpulver, Füllstoffen für Kautschuk usw. ist wesentlich durch die Kornfeinheit bedingt. Anderseits ist die Bestimmung der Kornfeinheit auch die Grundlage zur Beurteilung des Wirkungsgrades von Mahlanlagen.

Im folgenden sollen die verschiedenen bisher angewandten Verfahren zur Bestimmung der Kornzusammensetzung kurz gekennzeichnet werden. Im Anschluß daran wird ein neues Verfahren beschrieben[1].

Gebräuchliche Verfahren.

Siebung.

Das nächstliegende Verfahren zur Ermittlung der Kornzusammensetzung eines pulverförmigen Stoffes ist das Sieben auf einem Sieb bekannter Maschenweite. Man zerlegt so einen Staub in zwei Anteile, über deren Kornzusammensetzung allerdings durch das Sieben noch nichts bekannt ist. Hierzu sind weitere Siebungen auf Sieben anderer Maschenweite erforderlich[2]. Einen anschaulichen Überblick über das Ergebnis einer Siebanalyse erhält man, wenn man die Gesamtrückstände auf den Sieben in Prozenten in Abhängigkeit von der Maschenweite aufträgt[3]. Unter Gesamtrückstand ist dabei die Menge des Siebgutes verstanden, die zurückbleibt, wenn man das Mehl nur auf diesem Siebe siebt. Die so erhaltenen Linien sind kennzeichnend für die Mahlfeinheit des Staubes („Kennlinien").

Mehle, die ohne Rückstand durch das 10000-Maschensieb hindurchgehen, können durch Siebanalyse überhaupt nicht miteinander verglichen werden. Auch bei Mehlen mit sehr hohem Durchgang durch 10000 Maschen ist die Bewertung der Feinheit nach der Siebanalyse unzuverlässig. Es sind zwar neuerdings noch Siebe mit 12000 und 16000 Maschen cm² hergestellt worden (54,5 und 47,5 μ Maschenweite). Die deutschen Normen sehen indessen nur Siebe bis zu 10000 Maschen (60 μ Maschenweite) vor. Schon für diese Siebe müssen die höchsten Anforderungen an die Genauigkeit der Herstellung gestellt werden. Da ferner von den Normen zugelassen ist, daß 6% aller Maschen 5% mittlere Abweichung vom normenmäßigen Maß aufweisen, wobei Höchstabweichungen von 30% vorkommen dürfen, so erscheint es zwecklos, Siebe mit so nahe aneinanderliegenden Maschenweiten zu verwenden, wie z. B. das 12000- und das 10000-Maschensieb. Hinzu kommt, daß die Siebzeit, wie Förderreuther[1] berechnet hat, mit zunehmender Siebfeinheit außerordentlich stark ansteigt; sie würde z. B. bei Handsiebung mit dem 15000-Maschensieb 67 bis 115 Min. betragen. Auch ist anzunehmen, daß die lange Siebzeit einen erhöhten Abrieb bewirkt. Die Schwierigkeiten, die schon beim 10000-Maschensieb auftreten, wie Verstopfung der Maschen, Neigung zu Klumpenbildung usw., würden bei feineren Geweben noch um ein Vielfaches steigen.

Für die Bestimmung der Kornzusammensetzung feinster Mehle müssen somit andre Verfahren herangezogen werden, und zwar werden optische Verfahren, Schlämmverfahren, Absetzverfahren (Sedimentation) und Windsichtung angewendet.

Optisches Verfahren.

Die Bestimmung der Kornzusammensetzung durch Auszählung unter dem Mikroskop[2] ist stets sehr unsicher, da man jeweils nur eine sehr geringe Menge untersuchen kann. Zur Erzielung einigermaßen zuverlässiger Ergebnisse ist jedenfalls eine große Anzahl von Parallelversuchen erforderlich, was außerordentlich zeitraubend und ermüdend ist.

Schlämmung und Absetzverfahren (Sedimentation).

Die Verfahren der Schlämmung und des Absetzens[3] können insofern gemeinsam behandelt werden, als sie beide auf der Fallgeschwindigkeit der Teilchen in einer Flüssigkeit beruhen. Nach Stokes[4] gilt für die Bewegung kleiner kugelförmiger Teilchen in einem flüssigen oder gasförmigen Stoff unter dem Einfluß der Schwerkraft die Formel

$$v = \frac{2}{9} \varrho^2 \frac{s_1 - s_2}{\eta} g,$$

worin ϱ der Halbmesser der Teilchen, s_1 das spezifische Gewicht der Teilchen, s_2 das spezifische Gewicht des Gases oder der Flüssigkeit, η der Reibungswiderstand und g die Erdbeschleunigung ist. Die Grenzen der Korngrößen, für die das Gesetz noch Gültigkeit hat, werden

---

technisches Mehl, den Kohlenstaub, hat sich allerdings die Bezeichnung „Staub" so eingebürgert, daß auch in der vorliegenden Arbeit die Bezeichnung Kohlenstaub beibehalten wurde, um nicht anderen Stellen vorzugreifen. Das Kohlensyndikat verwendet neuerdings die Bezeichnung „Brennmehl".

[1] Infolge Raummangels bin ich gezwungen, die geschichtliche Einleitung auf ein Mindestmaß zu beschränken und nur die wichtigste Literatur anzuführen. Aus dem gleichen Grunde kann ich im zweiten Teil nur eine Auswahl der zahlreichen Versuchsergebnisse geben. Eine vollständige Zusammenstellung der Versuchsergebnisse soll an anderer Stelle veröffentlicht werden. Anm. bei der Korrektur der „Mitteilungen": Inzwischen erschienen in Zement Bd. 17, Nr. 50—52 (1928).

[2] Vgl. H. Burchartz: Siebversuche. Erste Berichtfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates und Arch. Wärmewirtsch. Bd. 6, S. 9. 1925. Diese Mitteilungen S. 108.

[3] Rosin-Rammler: Feinheit und Struktur des Kohlenstaubes unter dem Einfluß von Mühlen- und Kohlenart. 5. Berichtfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates. Z. d. V. D. I. Bd. 71, S. 1. 1927 und „Zement" Bd. 16, S. 871. 1927.

[1] 8. Berichtfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates, Berlin, Februar 1927, und Arch. Wärmewirtsch. Bd. 8, S. 51. 1927.

[2] A. Guttmann: Über die Kornfeinheit der Zemente, besonders der Eisenportlandzemente, „Zement" Bd. 15, S. 185. 1920; K. Agte, H. Schönborn, K. Schröter: Über die stimmung der Korngrößen von Wolframpulver, Z. techn. Phys. Bd. 6, S. 293. 1925; Perrott und Kinney: J. Am. Cer. Soc. Bd. 6, S. 417. 1923.

[3] R. Lorenz: Methoden zur Bestimmung der Korngröße von Füllstoffen. Papierfabrikant Bd. 23, S. 753. 1925; Bd. 24, S. 37, 74, 91. 1926; F. Evers: Schlämmanalyse von Füllstoffen, „Kautschuk" Bd. 3, S. 70. 1927; E. P. Bauer: Die Methoden zur Bestimmung der Korngrößen von Kaolinen und Tonen, Ber. d. D. Keram. Ges. Bd. 5, S. 129. 1924; H. Harkort: Die Schlämmanalyse mit dem verbesserten Schulzeschen Schlämmapparat, ebenda Bd. 8, S. 6. 1927.

[4] Stokes: Math. and Phys. Papers Bd. 3, S. 1. 1901.

Digitized by Google

verschieden angegeben. Man kann annehmen, daß es für Teilchen vom Halbmesser 1 bis 100 μ zutrifft und demnach jedenfalls in dem nicht siebbaren Größenbereich unterhalb 60 μ bis zu einer gewissen unteren Grenze noch zuverlässig ist[1]. Allerdings gilt die Stokessche Formel, genau genommen, nur für kugelförmige Teilchen. Trotzdem ist die Formel in allen Fällen verwendbar, in denen sich die Teilchen der Kugelform einigermaßen nähern. Sind die Teilchen z. B. blattförmig, wie Metallstaub aus Pochwerken und Glimmer, oder faserig, wie bei Holzmehl, so ist eine Berechnung der Fallgeschwindigkeit nach der Stokesschen Formel nicht angängig. Man bezeichnet zweckmäßig den zu einer bestimmten Fallgeschwindigkeit errechneten Halbmesser als „Äquivalenthalbmesser", um auszudrücken, daß es sich nicht um den wahren, sondern um einen theoretischen Halbmesser handelt, den ein kugelförmiges Teilchen von gleicher Dichte und gleicher Fallgeschwindigkeit haben würde.

Man kann nun die Teilchen verschiedener Größe einmal dadurch trennen, daß man das Mehl in einem senkrecht aufsteigenden Flüssigkeitsstrom aufschlämmt, der die Teilchen mit sich führt, deren Fallgeschwindigkeit kleiner als die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit ist. Diese sogenannten Schlämmverfahren sind in der Keramik seit langem gebräuchlich. Wegen der großen erforderlichen Flüssigkeitsmengen kommt hierfür praktisch nur Leitungswasser als Flüssigkeit in Frage, weshalb Schlämmverfahren für Stoffe, die gegen Wasser empfindlich sind, überhaupt nicht anwendbar sind (z. B. für Zement). Die Verwendung von Leitungswasser bringt aber insofern Ungenauigkeiten mit sich, als sein unvermeidlicher Elektrolytgehalt leicht eine gewisse Flockenbildung hervorruft. Endlich ist das Eindampfen nach dem Schlämmen sehr umständlich.

Diese Nachteile werden vermieden bei den Sedimentationsverfahren, die mit einer begrenzten Flüssigkeitsmenge arbeiten. Bei diesen wird die Suspension in ein zylindrisches Gefäß gefüllt. In gewissen Zeitabständen wird die Menge der ausgefallenen Körner, deren Größe aus der Höhe der Flüssigkeitssäule und der Fallgeschwindigkeit (Stokessche Formel) berechenbar ist, bestimmt[2].

Indessen haftet allen diesen Verfahren ein unvermeidlicher Fehler an, insofern als die Fallhöhen der Teilchen verschieden sind und infolgedessen kleine Teilchen aus geringen Höhen sich ebenso schnell absetzen wie größere Teilchen aus größeren Höhen. Z. B. langt ein Teilchen vom Halbmesser ϱ aus der Höhe h zur gleichen Zeit am Boden an, wie ein Teilchen vom Halbmesser $\varrho/4$ aus der Höhe $h/2$.

[1] G. Martin: Über die Theorie der Feinmahlung, Transactions of the Ceramic Soc. Bd. 26, S. 21. 1926/27; R. Meldau: Der Industriestaub, S. 55. Weitere Literatur vgl. Handbuch der physikalischen und technischen Mechanik, herausgeg. von Auerbach und Hort, Bd. V, S. 266 u. f. Leipzig 1927.

[2] Vgl. auch H. Vierheller: Die Schlämmaufbereitung von Elektrokorund, „Sprechsaal" Bd. 59, S. 113 u. 128. 1926 (Qualitative Trennung verschiedener Korundkörnungen.) Guttmann: Über die Kornfeinheit der Zemente, besonders der Eisenportlandzemente, „Zement" Bd. 15, S. 185. 1926.

Anders ist es bei den Absetzverfahren, bei denen die Kornzusammensetzung rechnerisch ermittelt wird. Das erste Verfahren dieser Art wurde von Sven Odén[1] ausgearbeitet, der in die Suspension eine Wagschale hängte und die sich auf der Schale sammelnden Teilchen wog. Die Gewichtzunahme in Abhängigkeit von der Zeit läßt auf die Kornzusammensetzung schließen. Bei andern Absetzverfahren[2] wird die Kornzusammensetzung aus der Abnahme der Dichte der Suspension während des Absetzens berechnet.

Alle Absetzverfahren haben vor dem Schlämmverfahren den Vorteil, daß sie nicht mit großen strömenden Flüssigkeitsmengen, sondern mit einer geringen Menge arbeiten. Infolgedessen kann man hier auch mit jedem Suspensionsmittel arbeiten. Verwendet man Wasser zu den Versuchen, so ist es möglich, den störenden Elektrolytgehalt durch Zugabe von Ammoniak unschädlich zu machen. Dagegen ist eine zahlenmäßige Trennung der einzelnen Kornfraktionen nicht möglich.

Stoffe, die gegen Wasser empfindlich sind, können demnach nur mittels der Sedimentationsverfahren untersucht werden. Außerdem spielen bei Verwendung flüssiger Stoffe stets okkludierte und anhängende Luftblasen eine große Rolle. Für viele Stoffe ist die Untersuchung in Flüssigkeiten überhaupt ungeeignet, z. B. für Kohlenstaub. Kohlenstaub enthält stets eine Menge Luft und hat einen gewissen Wassergehalt, der bei den Schwierigkeiten, die erfahrungsgemäß bei der Trocknung von Kohlenstaub auftreten[3], nach der Sedimentation kaum wieder erreicht werden kann.

Windsichtung.

Alle die genannten Übelstände vermeidet man bei der Windsichtung, d. h. wenn man statt einer Flüssigkeit ein gasförmiges Mittel (Luft) verwendet. Während bei den Schlämm- und Sedimentationsverfahren für zuverlässige Versuche eine gleichbleibende Temperatur von großer Wichtigkeit ist, genügt es bei der Windsichtung, wenn die Versuche stets im Bereich der normalen Zimmertemperatur ausgeführt werden. Da der Reibungswiderstand der Gase etwa 100mal kleiner als der des Wassers ist, so sind die durch Temperaturschwankungen bedingten Änderungen bei der Berechnung der Fallgeschwindigkeit entsprechend geringer. Ebenso sind die durch Temperaturschwankungen verursachten Dichteänderungen bei Gasen unerheblich. Diese geringe Temperaturabhängigkeit der Windsichtverfahren ist insofern von besonderer Bedeutung, da es in kleineren Laboratorien und im Betriebe meist praktisch unmöglich ist, einen während der langen Dauer der Schlämm- und Absetzversuche hinreichend gleichmäßig warmen Raum bereitzustellen.

[1] Koll.-Z. Bd. 18, S. 45. 1916; Bd. 26, S. 100. 1920.

[2] G. Wiegner: Landw. Versuchsstat. Bd. 91, S. 41. 1918; Wo. Ostwald und F. V. v. Hahn: Koll.-Z. Bd. 30, S. 62. 1922; H. Gessner: Mitt. a. d. Gebiet der Lebensmitteluntersuchung u. Hygiene (Bern) Bd. 13, S. 238. 1922; Compt. rend. (Prag) Bd. 182, S. 57. 1924; Koll.-Z. Bd. 38, S. 115. 1926; H. G. Schurecht: J. Am. Ceram. Soc. Bd. 4, S. 812. 1921; Kühl und Tokune: „Zement" Bd. 17, S. 256 u. 299. 1928.

[3] Vgl. H. Brecht: 10. Berichtsfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates.

Digitized by Google

Alle Windsichtverfahren mit Luft als Suspensionsmittel beruhen auf den gleichen Grundlagen wie die Schlämmverfahren. Die technischen Windsichter sollen hier außer Betracht bleiben, da sie für zahlenmäßige Laboratoriumsversuche nicht brauchbar sind.

Gary und Lindner[1] benutzten einen Apparat, der in einem Arbeitsgange gleichzeitig vier Fraktionen liefern soll. Neuerdings von mir mit dem Apparat ausgeführte Versuche unter mikroskopischer Kontrolle der ausgeblasenen Fraktionen ergaben jedoch, daß eine auch nur annähernd zahlenmäßige Trennung der verschiedenen Korngrößen nicht möglich ist[2]. Ein von F. G. Zchakke angegebener Windsichter scheint nur für qualitative Zwecke geeignet[3].

In einem andern von Pearson und Sligh gebauten Apparat[4] zur Bestimmung der Kornzusammensetzung von Zementen mittels eines senkrecht aufsteigenden Luftstromes werden drei Fraktionen von 0 bis 25, 25 bis 50 und 50 bis 75 μ ausgeschieden. Versuche, die ich im Materialprüfungsamt mit einem nach Angaben von Pearson und Sligh gebauten Apparat an Mehlen ausführte, lieferten aber keine befriedigenden Ergebnisse[5]. Niedrige Strömgeschwindigkeiten, wie sie zum Abscheiden feinerer Fraktionen oder zum Sichten spezifisch leichterer Stoffe gebraucht werden, bewirkten kein ausreichendes Aufwirbeln des gesamten Mehles. Da die Düse so weit vom Boden des Blasgefäßes entfernt ist, daß sie sich über der Mehlprobe befindet und überhaupt nicht in diese eintaucht, wird bei schwachem Blasen nur die oberste Schicht der Probe in Bewegung gesetzt, während ein großer Teil des Blasgutes unberührt bleibt.

Es wurde daher versucht, den Apparat durch verschiedene Abänderungen zu verbessern. Aus diesen Versuchen ging schließlich der im folgenden beschriebene Apparat hervor[6].

Ein neuer Windsichter.

Der Apparat[7], Abb. 1, besteht aus drei Teilen: dem zylindrischen Rohr *A*, dem kelchförmigen Teil *B* (beide aus Messing) und dem Glasansatz *C*, in den bei Beginn des Versuchs der zu untersuchende Stoff eingewogen wird. Der Luftstrom wird durch ein fast bis auf den Boden des Glasansatzes reichendes Glasrohr eingeführt. Die Innenmaße der aneinanderstoßenden Teile müssen genau übereinstimmen, da sich auf jedem Vorsprung sofort Mehl absetzen würde; *A* und *B* sind daher innen poliert, um das Haften des Staubes möglichst zu verhindern; außerdem sind mehrere Klopfer angebracht, die während des Versuches dauernd in Tätigkeit sind[1]. Die kegelige Form von *B* wurde gewählt, weil der Luftstrom auf diese Weise einen größeren Teil des Pulvers durcharbeitet und dann allmählich in den zylindrischen Teil übergeht, so daß Wirbelbildungen möglichst vermieden werden. Um zu verhindern, daß schon herausgeblasene Teilchen wieder in den Zylinder hineinfallen, ist über der oberen Öffnung von *A* in passendem Abstand ein Kegel *K* angebracht, der den austretenden Luftstrom seitwärts ablenkt. Auf dem Teller *T* steht eine Glasglocke, die mit einem Abzug verbunden ist. Der größte Teil des ausgeblasenen Staubes sammelte sich auf *T*.

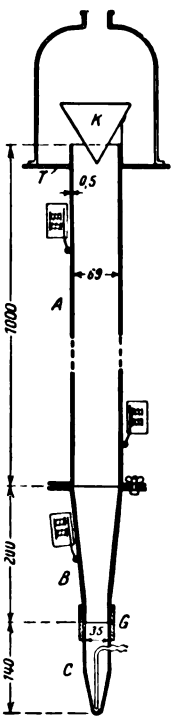


Abb. 1. Windsichter. (D.R.G.M.)

Messungen.

Entscheidend für die Möglichkeit und den Genauigkeitsgrad einer Analyse ist ein gleichmäßiger, möglichst genau einstellbarer und in seiner Geschwindigkeit bestimmbarer Luftstrom. Dieser wurde von einer umlaufenden Zylinder-Öl-Luftpumpe erzeugt. Die Regelung der in den Blasapparat eintretenden Luftmenge erfolgte durch geeichte Düsen verschiedener Weite (1, 2 und 3 mm Dmr.) und durch Veränderung des Druckes. Die Luftmenge wurde mit einer Gasuhr oder einem Rotameter, der Überdruck durch ein mit Wasser gefülltes Manometer gemessen.

Von dem senkrecht aufsteigenden Luftstrom werden nur die Teilchen mitgeführt, deren Fallgeschwindigkeit kleiner als die Strömgeschwindigkeit der Luft ist. Die Fallgeschwindigkeit berechnet sich nach der Stokesschen Formel; sie ist also verhältnisgleich dem Quadrat des Teilchenhalbmessers.

Da, wie weiter unten gezeigt wird, die vollständige Analyse eines Stoffes in nur einem Blasapparat meist nicht möglich ist, benutzt man zweckmäßig mehrere Apparate, deren untere Durchmesser gleich sind, so daß der Glasansatz an alle Apparate paßt. Bei meinen Versuchen benutzte ich außer dem in Abb. 1 wiedergegebenen Windsichter mit $a = 69$ mm Dmr. zwei weitere Apparate mit $a = 34{,}5$ und $a = 138$ mm Dmr.[2].

---

[1] Protokoll d. Verhandl. d. Vereins Dtsch. Portlandzementfabrikanten 1907, S. 140; Mitt. a. d. Mat.-Prüfungsamt 1906, S. 12.

[2] Vgl. auch C. Schoch: Die Aufbereitung der Mörtelmaterialien; Feret: 6. Kongreß f. d. Materialprüfungen der Technik Bd. 15, Mitt. Nr. 11. 1912.

[3] „Sprechsaal" Bd. 60, S. 668. 1927.

[4] Technological Papers of the Bureau of Standards Nr. 48. 1915. In der Arbeit werden auch eine Anzahl anderer, aber für quantitative Zwecke nicht brauchbarer Windsichter besprochen.

[5] Der Apparat wurde mir von Herrn Patentanwalt Dr.-Ing. Meldau, Berlin, zur Verfügung gestellt, wofür ich auch an dieser Stelle verbindlichst danke.

[6] G. St. Perrott und P. S. Kinney beschreiben einen ebenfalls in Abänderung des Modells von Pearson und Sligh gebauten Apparat, mit dem sie aber keine einwandfreien Ergebnisse erhielten; vgl. J. Am. Cer. Soc. Bd. 6, S. 417. 1923.

[7] Der Apparat steht unter Musterschutz (D.R.G.M. Nr. 1036337 Kl.50d) und wird vom Chemischen Laboratorium für Tonindustrie, Berlin NW 21, hergestellt.

[1] Als Klopfer wurden starke elektrische Klingeln verwendet.

[2] Bei gleicher strömender Luftmenge verhalten sich die Durchmesser der Blaszylinder umgekehrt wie die Durchmesser der größten abgeschiedenen Teilchen; es ist daher zweckmäßig, die Zylinderdurchmesser so zu wählen, daß sie in ganzzahligem Verhältnis zueinander stehen.

Digitized by Google

Ist das spezifische Gewicht des zu untersuchenden Stoffes bekannt, so ist die zu jeder Korngröße gehörige Fallgeschwindigkeit nach dem Stokesschen Gesetz berechenbar. Infolge der geringen Temperaturabhängigkeit der Fallgeschwindigkeit in Gasen wurde für die Rechnung der Reibungswiderstand bei 20° ($\eta = 0{,}000198$) zugrunde gelegt, das spezifische Gewicht der Luft entsprechend zu $s_2 = 0{,}0013$, das praktisch vernachlässigt werden kann.

Für die verschieden großen Körner eines Kohlenstaubes vom spezifischen Gewicht 1,4 ergeben sich z. B. die in Zahlentafel 1 aufgeführten Fallgeschwindigkeiten.

Zahlentafel 1. Fallgeschwindigkeiten von Kohlenstaub ($s = 1{,}4$) in Luft und dazugehörige Windmengen in verschiedenen Blaszylindern.

Teilchenhalbmesser ϱ μ	Fallgeschwindigkeit v cm/s	Windmenge bei Zylinderdurchmesser 13,8 cm cm³/s	6,9 cm cm³/s	3,45 cm cm³/s
5	0,385	57,5	14,4	
10	1,54	230	57,5	
15	3,46	516	129	
20	6,14		230	57,5
25	9,64		360	90
30	13,86		516	129
37,5	21,7			203

Sehr wichtig ist die genügende Zerstäubung des Blasgutes im Glasansatz. Der eintretende Luftstrom muß so stark sein, daß das ganze Pulver während des Versuchs in Bewegung bleibt. Hiermit ist die unterste Grenze der erforderlichen Blasgeschwindigkeit gegeben; sie liegt erfahrungsgemäß bei etwa 30 cm³/s. Man kann um so kleinere Körner erblasen, je höher das spezifische Gewicht des Stoffes ist. So ist die kleinste Korngröße bei Kohlenstaub ($s = 1{,}4$) $\varrho = 5\,\mu$, bei Zement ($s = 3{,}1$) $\varrho = 2{,}5\,\mu$ und bei Wolframstaub ($s = 19{,}1$) $\varrho = 1\,\mu$.

Die obere Grenze der Blasgeschwindigkeit wird dadurch bestimmt, daß Wirbelung im Blaszylinder vermieden werden muß. Aus der Gleichung

$$R = \frac{v\,r\,s_2}{\eta},$$

worin $R = 1160$ die Reynoldssche Zahl, r der Halbmesser des Rohres, s_2 das spezifische Gewicht des Gases und η der Reibungswiderstand ist, ergibt sich die kritische Geschwindigkeit für den kleinsten der benutzten Zylinder zu 101 cm/s, für den größten zu 25,6 cm/s.

Die bei einer bestimmten Strömgeschwindigkeit ausgeblasene Menge, die „Kornfraktion", bestimmt man dadurch, daß man den Glasansatz abnimmt und zurückwiegt. Eine völlige Entfernung einer bestimmten Korngröße ist, ebenso wie bei den Schlämmverfahren, insbesondere bei den feinsten Fraktionen, auch hier nicht möglich. Stets werden noch einige kleinere Teilchen an gröberen haften. Ferner entsteht durch die heftige Bewegung der Körner ein gewisser Abrieb, dessen Menge von der Härte und Sprödigkeit des Stoffes und der Versuchsdauer abhängt. Man muß daher den Versuch abbrechen, wenn innerhalb einer bestimmten Zeit nur noch eine bestimmte kleine Menge ausgeblasen wird, und zwar erfahrungsgemäß innerhalb $^1/_2$ h. weniger als 0,5 bis 1% der eingewogenen Menge[1]. Die Versuchsdauer ist am längsten für die feinste Fraktion und beträgt, z. B. bei Zement, für die Fraktion $< 5\,\mu$ 8 h., bei Kohlenstaub für die Fraktion $< 10\,\mu$ 6 bis 8 h. Für die folgenden Fraktionen nimmt die Versuchsdauer dann rasch ab, so daß z. B. bei Zement die Gesamtdauer 12 h. beträgt. Von $10\,\mu$ Korndurchmesser aufwärts werden die Fraktionen mit Korngrößenunterschieden von je $10\,\mu$ oder $20\,\mu$ erblasen bis zu $60\,\mu$, wo der Anschluß an die Siebanalyse erreicht wird. Ein gewisser Gehalt an grobem Korn trägt offenbar zur Beschleunigung der mengenmäßigen Abscheidung bei, insofern, als das grobe Korn etwaige Zusammenballungen feinerer Körner zerteilt. Es ist deshalb meist zweckmäßig, eine Probe des gesamten Mehles, nicht nur des Durchgangs durch das 10000-Maschensieb, zu verwenden. Diese Erscheinung steht in Übereinstimmung mit den Beobachtungen bei der Handsiebung, bei der man mit dem feinsten Sieb beginnt, da sich die feinen Körner dann nicht so leicht zusammenballen.

Ein gewisses Haften, insbesondere der feinsten Teilchen, an den Wandungen des Apparats ist unvermeidlich vor allem im kegeligen Teil *B*. Werden jedoch die Wandungen durch Klopfen genügend erschüttert, so wird die anhaftende Menge niemals so groß, daß sie das Ergebnis wesentlich beeinflußt. Nach dem Windsichten von Kohlenstaub wurden z. B. von den Wandungen des Zylinders insgesamt 0,06 g = 1% der Gesamtmenge entfernt. Wie die mikroskopische Untersuchung zeigte, setzte sich der hängengebliebene Staub stets aus den feinsten Korngrößen zusammen.

Für die zeichnerische Darstellung der Kornzusammensetzung wurde zu jeder Korngröße als Abszisse die Kennlinie, d. h. der Rückstand in Gewichtshundertteilen, als Ordinate aufgetragen. Man erhält so für Stoffe, die ihrem spezifischen Gewicht nach einheitlich sind, stetige Linien, die einen übersichtlichen Vergleich der Kornzusammensetzung verschiedener Sorten ermöglichen, Abb. 13. Wenn man die Kennlinie graphisch differenziert und nunmehr die Anteile der verschiedenen Korngrößen in Abhängigkeit vom Durchmesser aufträgt, so erhält man die Mengenverteilungslinie, die augenfälliger als die Darstellung der Rückstände die Kenntnis des am meisten vertretenen Korngrößenbereichs vermittelt, Abb. 2.

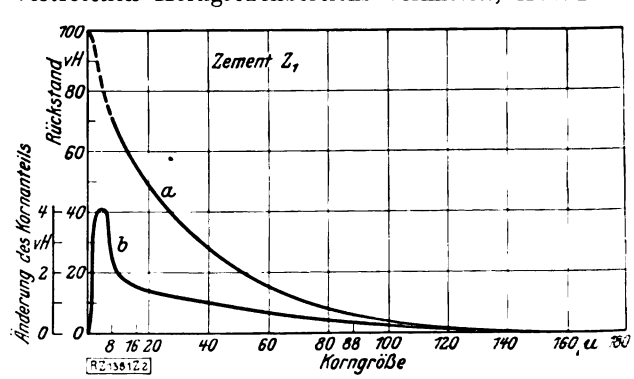


Abb. 2. Kennlinie für Zementmehl Z_1 (a) und Änderung des Kornanteils für 1 μ Änderung der Kantenlänge (b). Für das durch Versuch nicht bestimmte Kennlinienstück 0 bis 8 μ ist der theoretisch wahrscheinliche Verlauf gestrichelt gezeichnet.

[1] Dies entspricht dem bei der Siebanalyse üblichen Verfahren, wonach die Siebung dann beendigt wird, wenn man in einer bestimmten Zeit nur mehr eine bestimmte kleine Menge an Durchgang erhält.

Digitized by Google

Versuchsergebnisse.

Zement.

Es wurden vier Portlandzementsorten Z_1, Z_2, Z_3, Z_4 untersucht. Bei einer gelang es, als kleinste Fraktion Körner bis zu 5 μ Dmr. zu erblasen. Bei den übrigen wurde mit der 10 μ-Fraktion begonnen, da sich bei schwachem Blasen Zusammenballungen bildeten, die auch durch Trocknen des Luftstromes mittels Schwefelsäure- und Chlorkalziumröhren nicht vermieden werden konnten. Bei stärkerem Blasen zerteilten sich die Zusammenballungen leicht. Es wurden mindestens zwei, in der Regel drei Parallelversuche gemacht. Einige Ergebnisse sind in Zahlentafel 2 und 3 sowie in Abb. 2 wiedergegeben[1]. Die Fraktion 40 bis 60 μ wurde zunächst rechnerisch durch Abziehen des Rückstandes auf dem 10000 Maschensieb vom Blasrückstand der Fraktion 20 bis 40 μ ermittelt; später gelang es, auch die Fraktion 50 bis 60 μ zu erblasen. Die Abweichung vom Siebergebnis war in Anbetracht der Verschiedenheit der Untersuchungsverfahren nicht erheblich (3,2%); sie ist wohl vor allem auf den Abrieb zurückzuführen, der durch die lange Dauer des Blasens entstand. Nach dem Verlauf der Feinheitskennlinien zu urteilen, liegt der richtige Wert etwa in der Mitte zwischen den beiden gefundenen.

Zahlentafel 2 und 3. Ergebnisse der Windsichtung von Zementmehlen.

Zahlentafel 2. Zementmehl Z_2.

Versuch Nr.	Gewichtsanteile bei Korndurchmesser					
	$< 5\ \mu$ %	5 bis 10 μ %	10 bis 20 μ %	20 bis 40 μ %	40 bis 60 μ %	$> 60\ \mu$ %
1	26,0		17,6	28,2	18,4	9,8
2	16,8	15,6	16,6	25,6	13,6	11,8
3	17,4	15,2	14,6	27,2	13,0	12,6
Summe	60,2	56,8	48,8	81,0	45,0	34,2
Mittel[2]	17,1	15,4	15,6	26,4	13,3	(12,2[3])

Zahlentafel 3. Zementmehl Z_4.

Versuch Nr.	Gewichtsanteile bei Korndurchmesser							Rückstand auf 10000-Maschensieb
	$< 10\ \mu$ %	10 bis 20 μ %	20 bis 30 μ %	30 bis 40 μ %	40 bis 50 μ %	50 bis 60 μ %	$> 60\ \mu$ %	
1	28,0	17,0	12,0	12,0	9,0	9,0	13,0	—
2	30,1	14,5	12,5	11,5	9,1	9,2	13,1	—
3	29,0	15,6	10,8	12,5	8,0	7,5	16,5	—
Summe	87,1	47,1	35,3	36,0	26,1	25,7	42,6	—
Mittel	29,0	15,7	11,8	12,0	8,7	8,6	14,2	17,4

Die erblasenen Fraktionen wurden jeweils durch mikroskopische Untersuchungen auf ihre Korngröße nachgeprüft. Die Fraktionen von Z_3 sind in Abb. 3 bis 8 wiedergegeben. Man sieht, daß die Übereinstimmung zwischen berechneten und tatsächlich ausgeblasenen Korngrößen gut ist und daß zwischen den einzelnen Fraktionen kennzeichnende Unterschiede bestehen.

Die zur Abscheidung der einzelnen Fraktionen erforderliche Versuchsdauer betrug für Korngröße $< 5\ \mu$ 8 St., für 5 bis 10 μ und für 10 bis 20 μ je 3 St., für 20 bis 30 und 30 bis 40 μ je 2 St., für 40 bis 50 μ 1 St. und für 50 bis 60 μ $^1/_2$ St. Beginnt man mit der Fraktion $< 10\ \mu$, so beträgt die Blasdauer hierfür 5 St. Die Dauer des Blasens hängt also in hohem Grade von der Korngröße ab.

Schon mit bloßem Auge erkennt man die verschiedenen Zementfraktionen deutlich an der Farbe: die Farbe der feinsten Fraktion ist fast weiß, die der übrigen geht mit zunehmender Korngröße immer mehr ins schmutziggrüne über, vgl. Abb. 9.

Die Fraktionen verschiedener Zementmehle wurden auch analytisch untersucht, wobei sich ge etzmäßige Unterschiede der chemischen Zusammensetzung ergaben, auf die an anderer Stelle eingegangen werden soll[1]. Erwähnt sei lediglich, daß sich der weiche, leicht mahlbare Gips größtenteils in der feinsten Fraktion befindet.

Kohlenstaub.

Die Versuche an Kohlenstaub wurden auf Anregung des Reichskohlenrats vorgenommen. Sie fallen in die Zeit, in der das Verfahren noch nicht vollständig durchgearbeitet war. Die Bestimmungen konnten damals nur von 20 zu 20 μ vorgenommen werden. Zur Windsichtung wurde der Durchgang durch das 10000-Maschensieb verwendet. Die Fraktionen 0 bis 20 und 20 bis 40 μ wurden durch Blasen ermittelt. Der Rückstand enthielt dann die Korngrößen 40 bis 60 μ. In der ersten Versuchsreihe wurden drei Staube untersucht, und zwar westfälische Fettkohle, sächsische Steinkohle und rheinische Braunkohle, die sämtlich auf einer Polysius-Rohrmühle vermahlen waren. In Abb. 10 bis 12 sind Mikroaufnahmen der drei erhaltenen Blasfraktionen vom westfälischen Fettkohlenstaub wiedergegeben: man erkennt auch hier, daß die Trennung befriedigend ist[2].

Eine weitere Versuchsreihe wurde an einer westfälischen Steinkohle vorgenommen, die auf einer Vamicomühle auf fünf verschiedene Feinheitsgrade vermahlen war. Die Ergebnisse sind in Zahlentafel 4 und Abb. 13 wiedergegeben[3]. Die mit der längeren Mahldauer zunehmende Kornfeinheit läßt sich gut verfolgen. Weitere Versuche müssen ergeben, ob der annähernd geradlinige Verlauf der Kennlinien im Gebiet des feinsten Staubes richtig ist.

Da die Teilchen im Kohlenstaub viel inniger aneinander haften als im Zement, so ist eine mengenmäßige

[1] Auf die Wiedergabe der übrigen Versuchsergebnisse und Kennlinien, deren Einzelwerte gleich gute Übereinstimmung zeigen wie die in Zahlentafel 2, mußte leider aus Raummangel verzichtet werden.

[2] Mittel aus Versuch 2 und 3. Der Unterschied von Versuch 1 gegen die Versuche 2 und 3 erklärt sich daraus, daß die Abscheidung mit einem Windsichter anderen Durchmessers vorgenommen wurde.

[3] Aus den übrigen Mittelwerten von 5 bis 60 μ berechnet.

[1] Vgl. H. W. Gonell: Zement Bd. 17, Nr. 50—52 (1928).

[2] Die Versuchsergebnisse sind bereits von Rosin und Rammler bekanntgegeben, vgl. 5. Berichtsfolge des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates u. Z. V. d. I. Bd. 71, S. 1. 1927.

[3] Inzwischen ist auch die Abscheidung der Fraktion $< 10\ \mu$ bei mehreren Kohlenstaubsorten gelungen.

Digitized by Google

Trennung der feineren von den gröberen Kohlenstaubteilchen schwieriger und die Versuchsdauer infolgedessen länger als bei Zement. Die ungefähren Versuchszeiten bei der Windsichtung von Kohlenstaub betragen 6 St. für Korngrößen $< 20\,\mu$ und 4 St. für 20 bis 40 μ. Die Eignung von Kohlenstaub für zahlenmäßige Windsichtversuche hängt in hohem Grade von den Eigenschaften der einzelnen Staubsorten ab.

Wolframpulver.

Von der Studiengesellschaft für elektrische Beleuchtung wurde für die Versuche eine Probe Wolframpulver

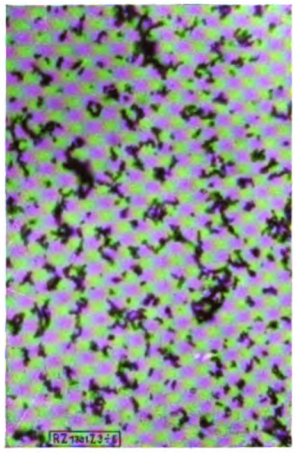


Abb. 3. Portlandzement $< 10\,\mu$; bei Beginn der Windsichtung ausgeblasene Anteile.

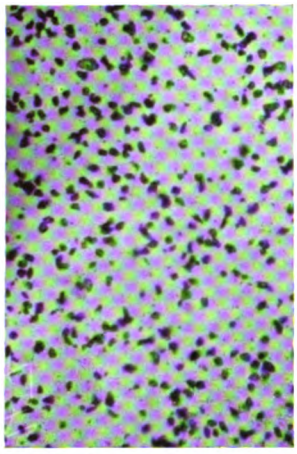


Abb. 4. Portlandzement < 10; nach 2stündigem Blasen mit der gleichen Geschwindigkeit wie Abb. 3 übergehende Körner. Die feinsten Anteile sind bereits entfernt.

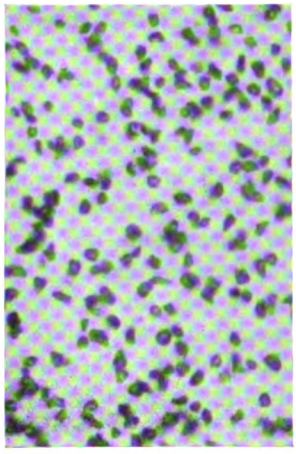


Abb. 5. Portlandzement 10 bis 20 μ.

Abb. 6. Portlandzement 20 bis 30 μ.

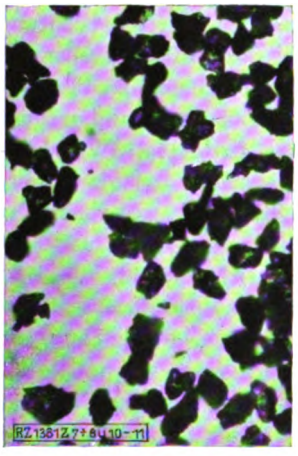


Abb. 7. Portlandzement 30 bis 40 μ.

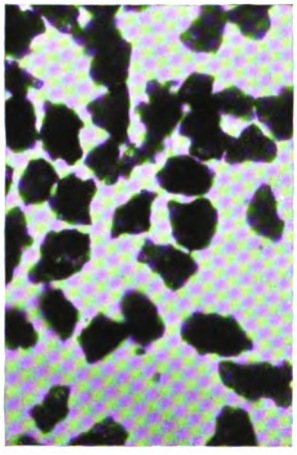


Abb. 8. Portlandzement 40 bis 50 μ.

Abb. 3 bis 8. Mikroskopische Nachprüfung der Windsichtversuche an Zementmehl Z_3. Vergr. 100fach.

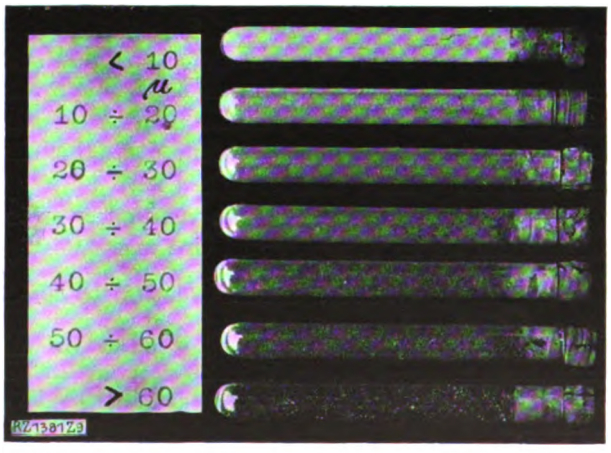


Abb. 9. Windsichtfraktionen von Portlandzement.

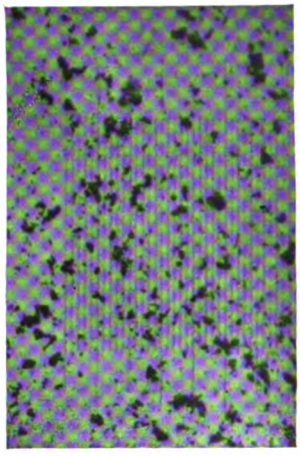


Abb. 10. Steinkohlenstaub $< 20\,\mu$. 1 Teilstrich = 10 μ.

Abb. 11. Steinkohlenstaub 20 bis 40 μ. 1 Teilstrich = 10 μ.

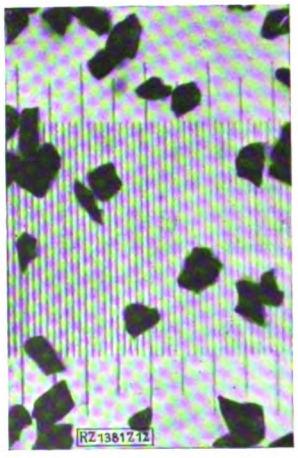


Abb. 12. Steinkohlenstaub 40 bis 60 μ. 1 Teilstrich = 10 μ.

Abb. 10 bis 12. Mikroaufnahmen von Steinkohlenstaub (westfälische Fettkohle). Vergr. 84fach.

Digitized by Google

Zahlentafel 4. Mittelwerte aus Windsichtversuchen an fünf Steinkohlenstaubsorten.

Sorte	Gewichtsanteile bei Korndurchmesser		
	< 20 μ %	20 bis 40 μ %	40 bis 60 μ %
S 26	29,6	28,1	28,8
S 31	27,5	25,1	32,6
S 32	23,9	21,3	28,3
S 29	23,0	21,1	22,0
S 35	4,0	10,4	15,6

zur Verfügung gestellt. Es gelang bei diesem sehr schweren Stoff ($s = 19{,}1$), folgende Fraktionen abzuscheiden und zu bestimmen: < 2 μ, 2 bis 5 μ, 5 bis 10 μ und 10 bis 20 μ. Da die Kornzusammensetzung des Pulvers bekannt war, so war es möglich, festzustellen, daß die im Windsichtapparat vorgenommene Bestimmung genauere Werte lieferte als die mikroskopische Auszählung[1] sowie die Schlämm- und Sedimentationsverfahren. Abb. 14, ein Mikrolichtbild der feinsten Fraktion, zeigt, daß man mit dem Windsichter aus geeigneten Stoffen auch feinste Körnungen in größter Gleichmäßigkeit abscheiden kann.

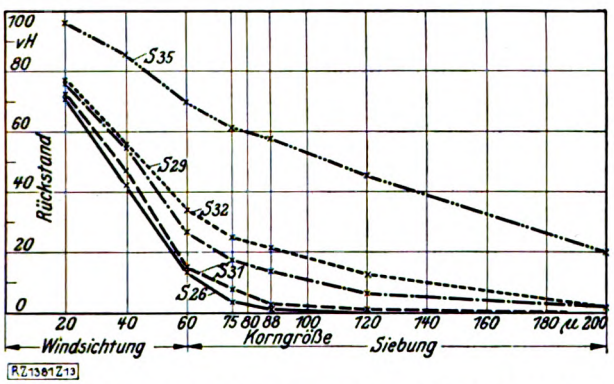


Abb. 13. Kennlinien für 5 Kohlenstaubsorten (westfälische Steinkohle, auf fünf verschiedene Feinheitsgrade vermahlen); vgl. Zahlentafel 4.

Genauigkeit und Anwendungsgebiete.

In Zahlentafel 2 und 3 betrugen die Unterschiede zwischen den Einzelwerten, die bei der Sichtung erhalten wurden, im Höchstfalle rd. 3% der eingewogenen Menge. Sind die Abweichungen zwischen zwei Versuchen höher, so empfiehlt es sich, einen dritten Versuch zu machen. Der Mittelwert wird dann jedenfalls die wahre Kornzusammensetzung mit hinreichender Genauigkeit wiedergeben.

Um die Zuverlässigkeit des Verfahrens auch auf andre Weise zu prüfen, wurden aus abgeschiedenen Fraktionen Gemische bekannter Zusammensetzung hergestellt und dann der Windsichtung unterworfen. Die Ergebnisse zeigt Zahlentafel 5. Die Übereinstimmung zwischen Einwage und Auswage ist recht gut. Das beschriebene Windsichtverfahren ist also für die Bestimmung der Kornzusammensetzung staubförmiger Stoffe geeignet. Insbesondere wird man es für Stoffe anwenden, deren Untersuchung in Flüssigkeiten nicht möglich oder mit Schwierigkeiten verbunden ist. Vor allem solche, in denen durch die Siebanalyse nichts oder nur ein kleiner Bruchteil der Fraktionen erfaßt werden kann. Auch der Wirkungsgrad verschiedener Mahlverfahren kann

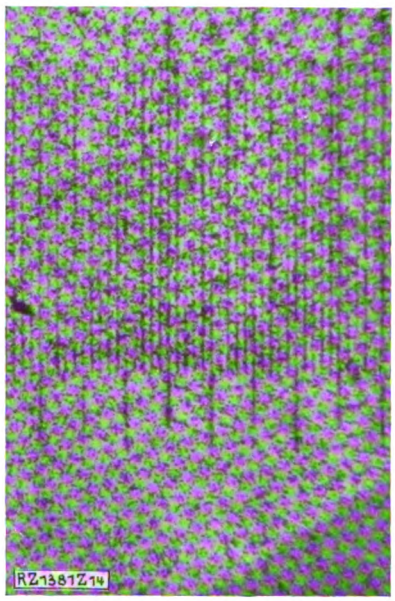


Abb. 14. Wolframpulver < 2 μ. 1 Teilstrich = 10 μ.

Zahlentafel 5. Prüfung des Windsichters.

Korngröße μ		Einwage g	Auswage g
Zement	0 bis 10	1,00	1,07
	20 „ 40	1,22	1,20
	40 „ 60	0,60	0,61
Kohlenstaub	0 „ 20	1,5	1,47
	20 „ 40	1,5	1,40
	40 „ 60	2,0	2,13

mit dem Windsichter nachgeprüft werden. Endlich kann man ihn auch dort benutzen, wo aus einem Mehl Fraktionen bestimmter Korngröße zur Untersuchung ihrer physikalischen oder chemischen Eigenschaften abgeschieden werden sollen. Hierfür müßte man allerdings versuchen, den Apparat für größere Mengen brauchbar zu machen. Ein weiteres Anwendungsgebiet liegt in der Trennung pulverförmiger Gemische von Stoffen annähernd gleicher Korngröße, aber verschiedenen spezifischen Gewichtes. So sind z. B. kürzlich Versuche zum Ausscheiden der Asche aus Kohlenstaub durchgeführt worden[1].

Die bisherigen Versuche bestätigten die Annahme, daß jeder Mahlvorgang in einem einheitlichen[2] Stoff eine gesetzmäßige Kornverteilung bewirkt[3]. Es genügt daher in vielen Fällen, z. B. für die laufende Überwachung eines Mahlvorganges, ein oder zwei Punkte der Kennlinie zu bestimmen.

[1] Über die Bestimmung der Korngröße von Wolframpulver nach andern Verfahren vgl. K. Agte, H. Schönborn, K. Schröter: Z. techn. Phys. Bd. 6, S. 203. 1925.

[1] Vgl. H. W. Gonell: Arch. Wärmewirtsch. Bd. 9, S. 209. 1928; dieses Sonderheft S. 122.

[2] D. h. einheitlich dem spezifischen Gewicht und der Mahlbarkeit nach.

[3] Vgl. Rosin und Rammler a. a. O.

Digitized by Google

Zur Frage der Ausscheidung der Asche aus Kohlenstaub[1].

Von **H. W. Gonell**[2].

Möglichkeiten der mechanischen Ausscheidung der Asche aus Kohlenstaub — Versuche über Windsichtung an synthetischen Kohle-Gesteinstaubgemischen und natürlichen Kohlen.

Die Verwendbarkeit von Kohlenstaub ist in manchen Fällen wegen seines Aschengehaltes begrenzt. Ließe sich die Asche durch ein wirtschaftliches Verfahren ganz oder teilweise entfernen, so würde Kohlenstaub für verschiedene ihm bisher verschlossene Zwecke verwendbar werden, z. B. zum Betrieb von Verbrennungskraftmaschinen.

Alle Versuche, die Asche zu entfernen, stützen sich darauf, daß die spezifischen Gewichte von Asche und reinem Kohlenstaub verschieden sind. Eine praktisch hinreichende Ausscheidung der Asche ist aber nur dann möglich, wenn die Kohle durch den Mahlgang in schwerere Aschen- und leichtere Kohlenkörner oder wenigstens in aschenreiche und aschenarme Körner zerlegt wird. Wenn dagegen auch nach der Vermahlung die kleinen Staubteilchen noch Gemische von Asche und Kohle sind, so kann man sie nach unseren heutigen Verfahren überhaupt nicht ausscheiden. Beide Arten der Aschenverteilung kommen in der Natur vor[3].

Bei der Steinkohle, auf die sich die Versuche bisher nur erstreckten, unterscheidet man „primäre" und „sekundäre" Asche. Primäre Asche stammt aus den verkohlten Pflanzen und findet sich in den Gefügebestandteilen in verschieden großer Menge, z. B. nach Lessing im Fusit (Faserkohle) 15,59%, im Durit (Mattkohle) 6,26%, im Clarit und Vitrit (Glanzkohle) 1,22 und 1,11%. Die Asche ist in jedem einzelnen dieser Bestandteile gleichmäßig verteilt, so daß sie aus ihnen nicht mechanisch entfernt werden kann. Die Gefügebestandteile durchwachsen sich aber in der Regel und wurden schon mehrfach in kleinem Maßstabe für Laboratoriumsversuche durch Sedimentation[4] und Ausschleudern[5] mittels Flüssigkeiten von entsprechendem spezifischen Gewicht geschieden. Wirtschaftlich sind diese kostspieligen Verfahren indessen nicht zu verwerten. Als sekundäre Asche bezeichnet man die nachträglich in die Kohle gelangten mineralischen Bestandteile, wie den häufig vorkommenden Pyrit.

Zunächst galt es festzustellen, welches Verfahren sich für die Versuche am besten eignete. Die feinkörnigen Stoffe kann man nach dem spezifischen Gewicht entweder durch Schlämmen oder durch Windsichtung trennen. Da die Schlämmverfahren gerade für Kohlenstaub verschiedene Nachteile haben (schwierige Benetzbarkeit, Porosität, Schwierigkeit des Trocknens), wurde das Windsichtverfahren herangezogen, das vom Verfasser für die Bestimmung der Kornzusammensetzung feinster Mehle ausgearbeitet und mit Erfolg auch für Kohlenstaub angewendet wurde[1]. Der Windsichter ist in Abb. 1 wiedergegeben. Der zu untersuchende Stoff wird in den Glasansatz C eingewogen. Durch das auf den Boden des Ansatzes führende Rohr tritt der Luftstrom ein und bläst das Gut empor. Die Teilchen, deren Fallgeschwindigkeit kleiner als die Geschwindigkeit des Luftstromes ist, werden durch die Messingrohre B und A nach oben mitgerissen. Die Fallgeschwindigkeit der Teilchen berechnet sich nach der Stockesschen Formel zu

$$v = \frac{2}{9}\,\varrho^2\,\frac{s_1 - s_2}{\eta}\cdot g,$$

worin ϱ der Halbmesser der Teilchen, s_1 das spezifische Gewicht der Teilchen, s_2 das spezifische Gewicht der Luft, η der Reibungswiderstand der Luft und g die Erdbeschleunigung ist. Für 20° ist $\eta = 198 \cdot 10^{-6}$ g/cmsec. Die Fallgeschwindigkeit ist also, da η und g für Luft bei gleichbleibender Temperatur konstant sind und s_2 wegen seiner geringen Größe praktisch zu vernachlässigen ist, proportional ϱ^2 und s_1. Demnach kann das Verfahren bei Stoffen, die ihrem spezifischen Gewicht nach einheitlich sind, zur Trennung nach Korngrößen dienen. Andererseits kann man so in annähernd gleichkörnigen Gemischen verschiedene Stoffe nach dem spezifischen Gewicht trennen. Diese Art der Anwendung kommt für die Entaschungsversuche in Frage.

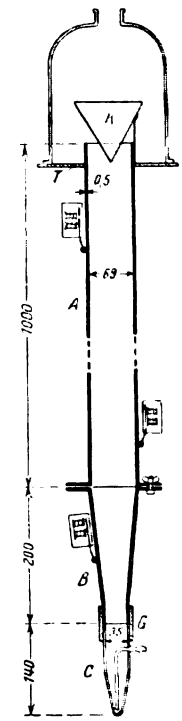


Abb. 1. Windsichter D. R. G. M. (Maße in mm). A Zylindrisches Rohr; B Kelchförmiger Teil; C Glasansatz; K Kegel; T Teller; G Gummimuffe.

Versuche.

Es galt zunächst festzustellen, welche Korngrößenbereiche für die Scheidung geeignet sind. Die Vorversuche wurden an einem synthetischen Gemisch aus aschenarmem Steinkohlenstaub und Gesteinmehl (gemahlene Hochofenschlacke) vorgenommen. Der Kohlenstaub hatte das spezifische Gewicht $s = 1{,}4$, für Schlacke wurde $s = 2{,}6$ eingesetzt, was etwa dem spezifischen

[1] Vortrag in der Sitzung des Kohlenstaubausschusses des Reichskohlenrates am 14. Februar 1928.

[2] Original: Archiv für Wärmewirtschaft Bd. 9, Nr. 7, S. 209—212 (1928).

[3] Vgl. R. Potonié: Einführung in die allgemeine Kohlenpetrographie. Berlin; Gebr. Borntträger, 1924.

[4] R. Lessing: Studies in the distribution of mineral matter in coal, Trans. Inst. Min. Eng. Bd. 60, Tl. 3, S. 288. 1920 und Bd. 61, Tl. 1, S. 36. 1921; The study of mineral matter in coal. Fuel Science an Practice 1922; R. Kattwinkel: Untersuchungen über die Verkokbarkeit der Gefügebestandteile der bituminösen Streifenkohlen des Ruhrbezirkes, Glückauf Bd. 64, S. 79. 1928.

[5] R. Groß: Kohlenpetrographische Untersuchungen auf Grund des spezifischen Gewichtes der Komponenten, Z. Krist. Bd. 66, S. 462. 1928.

[1] Ein Windsichtverfahren zur Bestimmung der Kornzusammensetzung, V. d. I.-Z. Bd. 72, S. 945. 1928. — Das Gerät ist als Gebrauchsmuster angemeldet und vom Chemischen Laboratorium f. Tonindustrie, Berlin NW 21, zu beziehen.

Digitized by Google

Gewicht der Kohlenasche entspricht. Die Versuchsergebnisse sind in Zahlentafel 1 zusammengestellt.

Zahlentafel 1. Halbmesser ϱ der Kohlenstaub- und Aschenteilchen für verschiedene Geschwindigkeiten.

Strömungsgeschwindigkeit v cm/s	Halbmesser ϱ Kolenstaub ($s = 1.4$) μ	„Asche" ($s = 2,6$) μ
0,0964	2,5	1,82
0,385	5,0	3,63
1,54	10,0	7,26
3,46	15,0	10,86
6,14	20,0	14,5
9,64	25,0	18,2
13,86	30,0	21,8
21,7	37,5	27,3
29,8	44,0	32,0
55,5	60,0	43,6

Soll die Scheidung von Kohlenstaub und Asche möglich sein, so muß der Korngrößenbereich so gewählt werden, daß die Fallgeschwindigkeit der kleinsten Aschenkörner größer als die der größten Kohlenkörner ist; dann wird die Kohle ausgeblasen, während die Asche zurückbleibt. Da man dieses Trennen in bestimmte Korngrößen nur durch Sieben ausführen kann, so ist die Aschenabscheidung vorläufig auf das der Siebung zugängliche Gebiet beschränkt.

Die Versuchsergebnisse mit den Siebfraktionen 6400 bis 10000 (60 bis 75 μ) und 4900 bis 6400 (75 bis 88 μ) zeigt Abb. 2. Die kleinsten, in den Fraktionen enthaltenen Aschenkörner werden von der zum Ausscheiden der größten Kohlenkörner erforderlichen Windgeschwindigkeit noch nicht getragen. Die Grenze für das spezifische Gewicht einer Asche, die bei den hier untersuchten

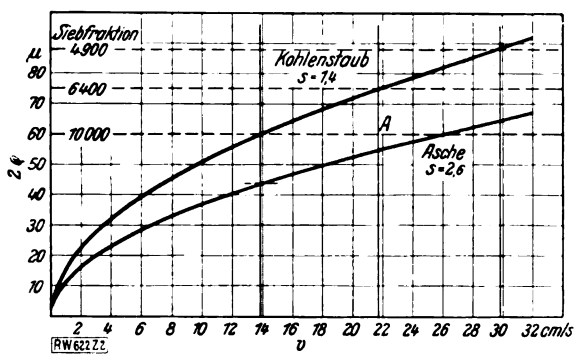


Abb. 2. Trennung von Kohlenstaub und Asche für verschiedene Teilchendurchmesser 2ϱ (Siebfraktionen) in Abhängigkeit von der Luftgeschwindigkeit v.

Fraktionen von Kohle vom spezifischen Gewicht 1,4 geschieden werden soll, liegt bei 2,2. In diesem Falle geht die Aschenlinie in Abb. 2 durch den Punkt A. Bei den Versuchen mit dem Durchgang vom 10000-Maschen-Sieb bleiben die Aschenkörner mit $2\varrho > 43{,}6\ \mu$ zurück, während aller Kohlenstaub ausgeblasen wird. Bei den feinsten Korngrößen ist dagegen keine Scheidung mehr angängig, da die Möglichkeit des Siebens fehlt. Gleiche Feinheit von Asche und Kohlenstaub vorausgesetzt, mußte man beim Blasen mit einer bestimmten Geschwindigkeit nur erwarten, daß der Rückstand mehr Asche als das Ausgeblasene enthalten würde. Zudem mußte man hier, wie aus dem Verlauf der Linien in Abb. 2 hervorgeht, für die Scheidung die Korngrößenbereiche bedeutend enger abgrenzen.

Versuche mit synthetischen Gemischen.

Für die Versuche wurden von Kohlenstaub und Schlackenmehl die gewünschten Siebfraktionen entnommen, im Verhältnis 2 : 1, sowie 1 : 1 gemischt und mit der für die größten Kohlenkörner erforderlichen Geschwindigkeit 30 bis 60 Min. lang geblasen. Zum Vergleich wurden gleich große Mengen von Schlacke und Kohlenstaub in der gleichen Zeit und mit der gleichen Geschwindigkeit geblasen. Die Ergebnisse zeigt Zahlentafel 2. Eine gewisse Schlackenmenge, die theoretisch zurückbleiben müßte, wird stets mit ausgeschieden. Dies ist wohl auf die unregelmäßige Form der Körner (das Stockessche Gesetz gilt streng nur für kugelförmige Teilchen) und auf die Verkleinerung der Körner infolge des unvermeidlichen Abriebs während des Versuches zurückzuführen. Der Rückstand war stets nahezu reine Schlacke, das Ausgeblasene enthielt dagegen nur wenig Schlacke, vgl. Abb. 3 und 4. Die gleichen Versuche wurden mit einem Gemisch aus Anthrazitmehl und Porzellanmehl mit einem der Wirklichkeit besser angepaßten Mischungsverhältnis von 4 : 1 angestellt; sie führten zu entsprechenden Ergebnissen. Mit bloßem Auge war zu erkennen, daß der Rückstand fast kohlenfrei ist. Versuche des Reichskohlenrates, aus den gleichen Gemischen den mineralischen Bestandteil auf andre Weise, z. B. mittels eines hochgespannten elektrischen Feldes, ähnlich wie beim Cottrellverfahren, auszuscheiden, verliefen erfolglos.

Zahlentafel 2. Versuche mit verschiedenen Siebfraktionen[1].

Siebfraktion	Kohle Menge g	Kohle Rückstand g	Schlacke Menge g	Schlacke Rückstand g	Gemisch Menge g	Gemisch Mischungsverhältnis	Gemisch Rückstand g
10000	2	0,05	4	1,67	6	1 : 2	1,61
	5	0,12	1	0,42	6	5 : 1	0,70
4900 bis 6400	2	0,10	2	1,35	4	1 : 1	1,37

Versuche mit natürlichen Kohlen.

Nach den Versuchen an synthetischen Gemischen wurden natürliche Kohlen untersucht, und zwar eine Zauckerodaer Steinkohle von 22,2% Aschengehalt die vorher auf die Verteilung der Asche untersucht war[2]. Aschenreiche und aschenarme Teile waren deutlich voneinander geschieden. Der duritischen Grundmasse sind aschenarme Vitritlinsen und bis 1 mm mächtige Pyritschnüre eingelagert, so daß sehr wohl mit der Möglichkeit, sie zu trennen, gerechnet werden konnte. Die mikroskopische Untersuchung des Staubes zeigt in der Tat vereinzelte Pyritkörner neben den Kohlenkörnern. Die Menge der Pyritkörner nimmt mit steigender Kornfeinheit zu, wie an den durch Windsichtung abgeschiedenen Fraktionen festgestellt wurde (Abb. 5). Dies ist ohne

[1] Jeder Wert ist das Mittel aus zwei bzw. drei Versuchen.

[2] Die Untersuchung übernahm Herr Priv.-Doz. Dr. R. Potonié, wofür ihm auch an dieser Stelle gedankt sei.

Digitized by Google

weiteres verständlich, da in den groben Fraktionen die kleinen Pyritkörner vielfach noch von Kohle umhüllt und somit unsichtbar sind.

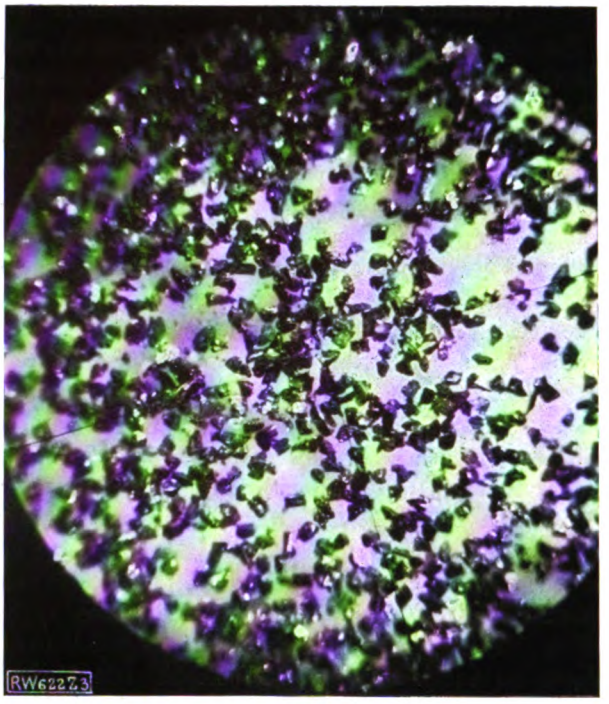


Abb. 3. Ausgeblasenes.

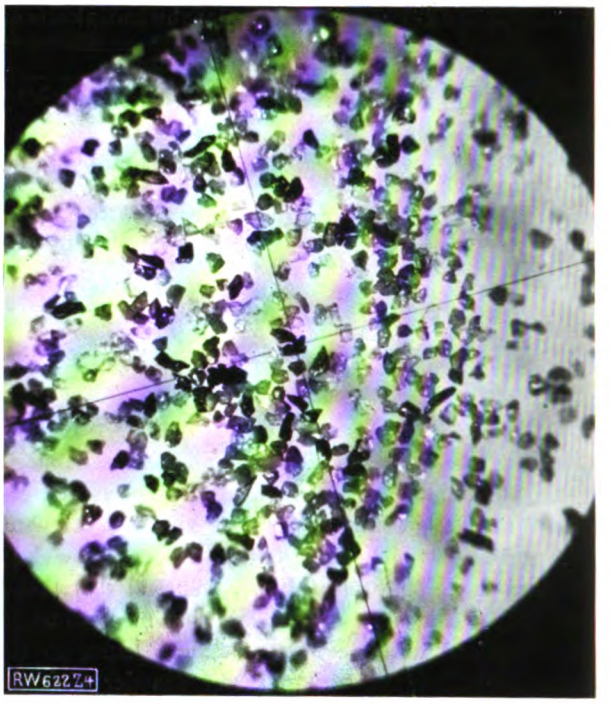


Abb. 4. Rückstand.

Abb. 3 und 4. Gemisch von Kohlenstaub und Hochofenschlacke, Siebfraktion 6400 bis 10000 (88 bis 60 μ). Schräg auffallendes Licht; 23fache Vergrößerung.

Die Siebfraktionen wurden ebenso wie die synthetischen Gemische der Windsichtung unterworfen. Die Versuchsergebnisse enthält Zahlentafel 3. Im Rückstand ist eine bedeutende Anreicherung der Asche eingetreten. Dagegen ist das Ausgeblasene nur um etwa 4% ärmer an Asche als die ursprüngliche Kohle. Abb. 6 und 7 lassen erkennen, daß der Rückstand zahlreiche Aschen- (Pyrit-) Körner enthält[1]. Im Ausgeblasenen wurden dagegen bei allen untersuchten Proben nur ganz vereinzelt kleine Pyritkörnchen gefunden.

Zahlentafel 3. Versuche mit Zauckerodaer Steinkohle.

Siebfraktion	Aschengehalt[2] im	
	Ausgeblasenen %	Rückstand %
6400 bis 10000	18,7	35,8
4900 „ 6400	18,7	48,0

Im wesentlichen wurden durch die Windsichtung nur die Pyritkörner, deren Menge Dr. Potonié auf 5% schätzte, von Kohlenstaub getrennt. Eine Entmischung von Durit und Vitrit trat dagegen nicht ein. Theoretisch ist auch kaum zu erwarten, daß mittels der Windsichtung oder Schlämmung wirtschaftlich verwertbare Erfolge in der Trennung von Fusit, Durit, Vitrit und Clarit erzielbar sein werden, da sich die spezifischen Gewichte dieser Bestandteile nur so wenig unterscheiden[1], daß die Fallgeschwindigkeiten zu nahe beieinander liegen, um eine Trennung zu ermöglichen.

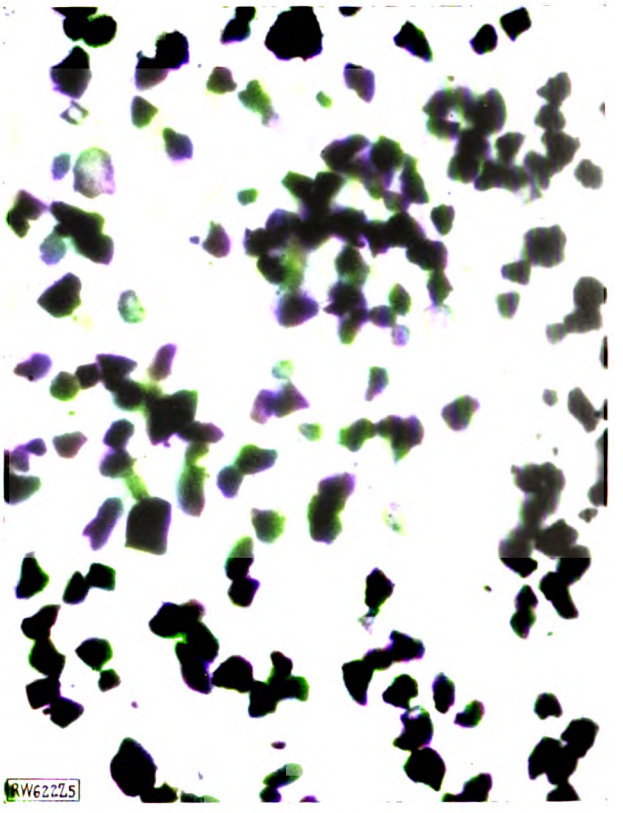


Abb. 5. Zauckerodaer Steinkohle. Siebfraktion 20 bis 40 μ; 133fache Vergrößerung.

[1] Die Aufnahme ist zeitweise mit polarisiertem Licht belichtet, so daß die kristallinen Aschenteile besonders deutlich hervortreten.

[2] Auf getrockneten Staub bezogen.

[1] Bei der von Kattwinkel untersuchten Kohle betrug das spezifische Gewicht von Vitrit etwa 1,3, vom Fusit etwa 1,5.

Digitized by Google

Nach diesen Versuchen kann gesagt werden, daß durch Windsichtung ein Teil der Asche von hochaschenhaltigen Kohlenstauben abgeschieden werden kann, wenn die Asche als mineralische Beimengung in begrenztem Umfang in der Kohle enthalten ist. Die vollständige Trennung der verschieden aschenhaltigen Gefügebestandteile der Steinkohle war noch nicht möglich. Hier müßten noch weitere Versuche angestellt werden. In allen Fällen ist es notwendig, eine petrographische Untersuchung der Steinkohle vor Durchführung des Verfahrens vorzunehmen[1].

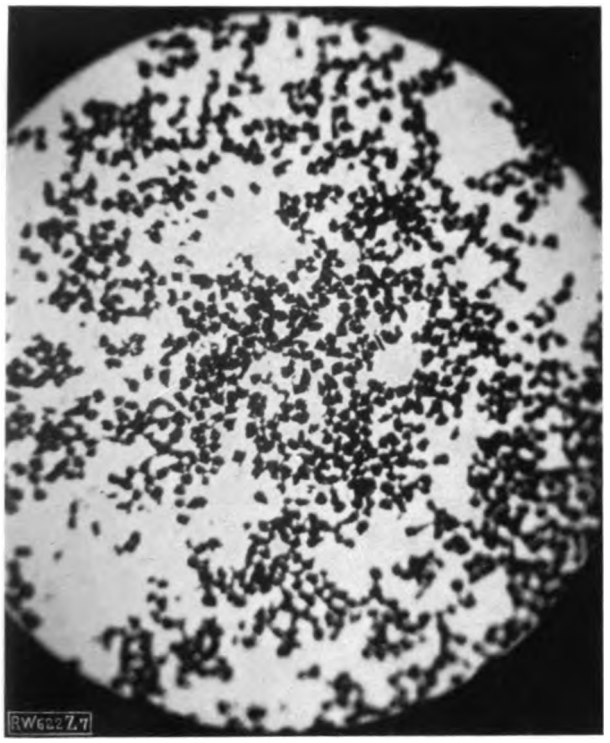


Abb. 6. Ausgeblasenes.

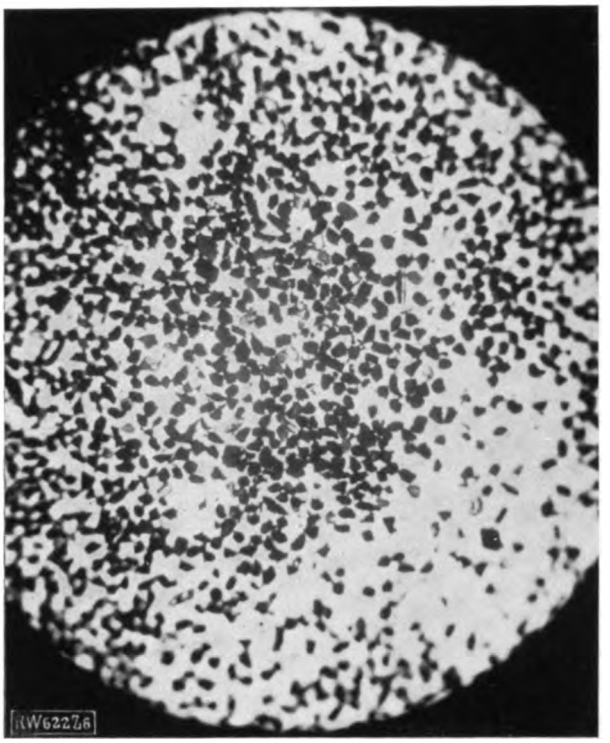


Abb. 7. Rückstand.

Abb. 6 und 7. Zauckerodaer Steinkohle. Siebfraktion 4900 bis 6400 Maschen (88 bis 75 μ). Durchfallendes Licht; 23fache Vergrößerung.

[1] Die Versuche wurden auf Anregung und mit Unterstützung des Reichskohlenrates durchgeführt, wofür an dieser Stelle verbindlichst gedankt sei.

Digitized by Google

Digitized by Google

Mitteilungen der deutschen
Materialprüfungsanstalten

Sonderheft VIII:
Aus dem **Kaiser Wilhelm-Institut für Metallforschung** und dem
Staatlichen Materialprüfungsamt zu Berlin-Dahlem

Die Eigenschaften des Hartmessings

Von

Prof. Dr.-Ing. e. h. O. Bauer
Kaiser Wilhelm-Institut für Metallforschung

Prof. K. Memmler
Staatliches Materialprüfungsamt

Mit 76 Abbildungen

Berlin
Verlag von Julius Springer
1929

Digitized by Google

Inhaltsangabe.

Seite

I. Teil. Untersuchung der einzelnen Materialien 3

Material A:

1. Probematerial 3
2. Untersuchung (Material A) 3
   a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge 3
   b) Zugversuche 4
   c) Spannungsmessungen 5

Material B:

1. Probenmaterial 6
2. Untersuchung (Material B) 6
   a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge 6
   b) Zugversuche 6
   c) Nachweis von Spannungen 8
   d_1) Kerbschlagversuche bei gewöhnlicher Temperatur 9
   d_2) Kerbschlagversuche bei höheren Temperaturen 10
   e) Kugeldruckversuche 11

Material C:

1. Probenmaterial 12
2. Untersuchung (Material C) 13
   a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge 13
   b) Zugversuche 14
   c) Spannungsmessungen 15
   d) Kerbschlagversuche 15
   e) Kugeldruckversuche 16

Material D:

1. Probenmaterial 16
2. Untersuchung (Material D) 17
   a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge 17
   b) Zugversuche 19
   c) Spannungsmessungen 20
   d) Druckversuche 20
   e) Scherversuche 20
   f) Schlagversuche 21
   g) Kugeldruckversuche 22
   h) Wechselschlagversuche 22
   i) Kerbschlagversuche 23

Material E:

1. Probenmaterial 25
2. Untersuchung (Material E) 25
   a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge 25
   b) Zugversuche 26
   c) Spannungsmessungen 29
   d) Druckversuche 30
   e) Schlagversuche 34
   f) Verdrehungsversuche 37
   g) Kerbschlagversuche 37
   h) Kugeldruckversuche 37

Seite

II. Teil. Zusammenfassung der Ergebnisse 42

1. Chemische Zusammensetzung 42
2. Bearbeitbarkeit 43
3. Erstarrungs- und Umwandlungstemperatur . . 43
4. Kleingefüge 44
5. Einfluß der Preßtemperatur auf die Ausbildung des Kleingefüges 44
6. Nachprüfung des Einflusses der Preßtemperatur auf Gefüge und Festigkeitseigenschaften von MS 58 45
7. Die Festigkeitseigenschaften 48
   a) Festigkeitskoeffizienten aus den Zugversuchen 49
      α) Anlieferungszustand: gepreßt 49
      β) Anlieferungszustand: gepreßt und gezogen 50
      γ) Dritter Anlieferungszustand: Nachbehandlung durch Richten oder Abrollen 52
   b) Brinellhärte 52
   c) Kerbzähigkeit 53
   d) Druckversuche 54
   e) Scherfestigkeit 54
   f) Torsionsfestigkeit 54
   g) Schlagfestigkeit 55
   h) Wechselschlag-(Dauerschlag-)Festigkeit . . . 55
8. Zusammenfassung der Grenzwerte 55
9. Spannungszustand 55

III. Teil (Anhang). Kurze Angaben über die Durchführung der Festigkeitsversuche, Spannungsmessungen usw. 56

1. Zugversuche 56
2. Druckversuche 56
3. Kugeldruckversuche 56
4. Schlagversuche 56
5. Verdrehungsversuche 56
6. Scherversuche 56
7. Kerbschlagversuche 57
8. Wechselschlagversuche 57
9. Nachweis von Reckspannungen durch Ätzung mit Quecksilbersalzlösung 57
10. Verfahren zur Messung der Größenordnung von Reckspannungen 57

Digitized by Google

Die Eigenschaften des Hartmessings MS 58.

(Schraubenmessing.)

Von **O. Bauer** und **K. Memmler.**

Im Normenausschuß der Deutschen Industrie wurde im Jahre 1921 die Anregung gegeben, die Eigenschaften der verschiedenen, genormten Messingsorten genauer zu untersuchen. Das Staatl. Materialprüfungsamt und das Kaiser-Wilhelm-Institut für Metallforschung zu Berlin-Dahlem erklärten sich bereit, zunächst die Prüfung des Hartmessings M S 58 zu übernehmen.

Von fünf Firmen der messingerzeugenden Großindustrie wurde Stangenmaterial verschiedener Abmessungen aus dem laufenden Betrieb für die Untersuchungen zur Verfügung gestellt.

Die Prüfung ist nunmehr abgeschlossen[1], und wir unterbreiten hiermit das Ergebnis der Öffentlichkeit. Zur Erläuterung sei noch folgendes vorausgeschickt:

Die Firmen, die das Material zur Verfügung stellten, sind, einzelnen Wünschen Rechnung tragend, nicht genannt, sondern mit den Buchstaben A, B, C, D und E bezeichnet. Material A, Material B usw. bedeutet also im nachfolgenden: Material geliefert von der Firma A, von der Firma B usw.

Da es sich somit um Materialien verschiedener Herkunft, verschiedener Herstellungsverfahren und Abmessungen und zum Teil auch verschiedener chemischer Zusammensetzung (verschiedene Bleigehalte) handelte, so erschien es zweckmäßig, zunächst im I. Teil der Arbeit die Angaben des Herstellers und die Prüfungsergebnisse jeden Materials gesondert zu bringen und erst im II. Teil zu versuchen, die Ergebnisse unter einheitlichen Gesichtspunkten zusammenzufassen. Im III. Teil (Anhang) finden sich kurze Angaben und Erläuterungen über die Durchführung der Versuche (Arbeitsverfahren, Meßmethoden usw.), die für alle Versuche gelten und auf die in den Teilen I und II, wo erforderlich, nur kurz hingewiesen ist.

I. Teil.

Untersuchungen der einzelnen Materialien.

Material A.

1. Probematerial.

Folgendes Probematerial wurde zur Verfügung gestellt:

1 Stangenabschnitt Rundmessing (2,06 m Länge) gezeichnet Nr. 2, etwa 30 mm ⌀, gepreßt, nicht gezogen.

1 Stangenabschnitt Rundmessing (2,06 m Länge), gezeichnet Nr. 1, gepreßt und auf etwa 29 mm gezogen.

1 Stangenabschnitt Rundmessing (1,34 m Länge), gezeichnet Nr. 3, gepreßt, gezogen und gerichtet[1]. Durchmesser etwa 29 mm.

Hierzu wurden folgende Angaben gemacht:

„Die drei Stangenabschnitte entstammen alle ein und demselben Gußknüppel. Die chemische Zusammensetzung ist folgende:

Material A. Chemische Zusammensetzung.

	Werksanalyse[2] %
Kupfer	58,36
Zink	Rest
Blei	1,24
Eisen	0,14
Zinn	Spuren
Nickel	nicht bestimmt

Der Durchmesser des gegossenen Knüppels war 135 mm, derjenige des Preßrezipienten 145 mm, der Preßdruck betrug 150 Atm. Die gezogene sowie die gezogene und gerichtete Stange sind mit einem einzigen Zug aus der Preßstange ohne Zwischenglühung gearbeitet worden."

2. Untersuchung (Material A).

a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge.

Messing A beginnt bei 880° zu erstarren; bei 442° macht sich eine deutliche Wärmetönung bemerkbar, die der $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlung[3] entspricht.

Das Kleingefüge ist kennzeichnend für $\alpha + \beta$-Messing. Abb. 1 ($v = 100$)[4] zeigt das Kleingefüge[5] der Stange Nf. 1 (gepreßt und gezogen). Die α-Kristalliten (weiß in Abb. 1) sind nadlig ausgebildet, eine deutliche Reckung in der durch einen Pfeil angedeuteten Längs-

[1] Bei der Durchführung der umfangreichen Untersuchungen wurden wir in dankenswerter Weise von folgenden Herren unterstützt: Prof. Fick, Dr. Ing. Sieglerschmidt, Dipl.-Ing. Ermlich, Ing. Geist, Ing. Ratti.

[1] Über das „Richten" wurden nachträglich folgende Angaben gemacht: „Das Richten wird auf einer Maschine mit schräg stehenden, etwas konischen Walzen vorgenommen. Bei diesem Richtprozeß findet ein geringes Stauchen des Materials statt, durch welches der Querschnitt etwas zunimmt."

[2] Die im K.-W.-Inst. für Metallforschung ausgeführte Analyse ist Seite 43 mitgeteilt.

[3] Die Gefügebezeichnungen α, β usw. beziehen sich auf das im II. Teil Abb. 61 wiedergegebene Erstarrungs- und Umwandlungsschaubild der Zink-Kupfer-Legierungen.

[4] $v = 100$ bedeutet 100fache lineare Vergrößerung.

[5] Geätzt mit Ammoniumpersulfat und ammoniakalischem Kupferammoniumchlorid.

Digitized by Google

achse der Stange ist nicht erkennbar. Wesentliche Unterschiede zwischen dem Gefüge der nur „gepreßten" Stange 2 und der „gepreßten und gezogenen" Stange 1 bestehen nicht. Abb. 2 ($v = 100$) zeigt das Gefüge der

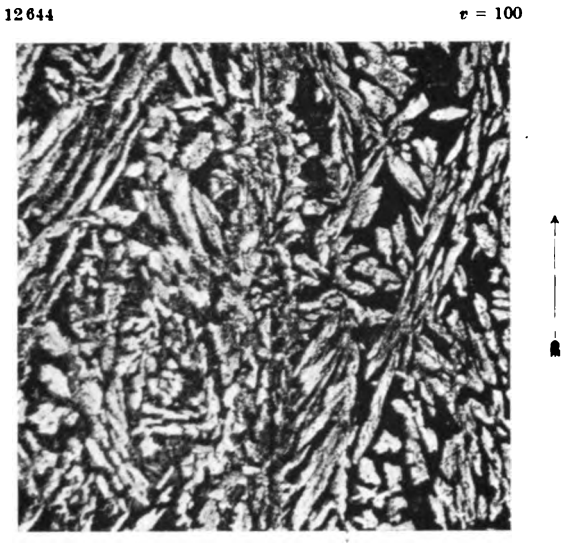


Abb. 1. Material A, Nr. 1. Gepreßt und gezogen.

gepreßten und gezogenen Stange 1 nach dem Ausglühen bei 650°. Die α-Kristalliten erscheinen mehr rundlich ausgebildet als bei dem nicht ausgeglühten Material. Das Gefüge der gepreßten, gezogenen und gerichteten Stange 3 ist in Abb. 3 ($v = 100$) wiedergegeben. Es ähnelt in seinem Aufbau mehr dem Gefüge des ausgeglühten (vgl. Abb. 3 mit Abb. 2) als dem des gepreßten oder gezogenen Materials[1].

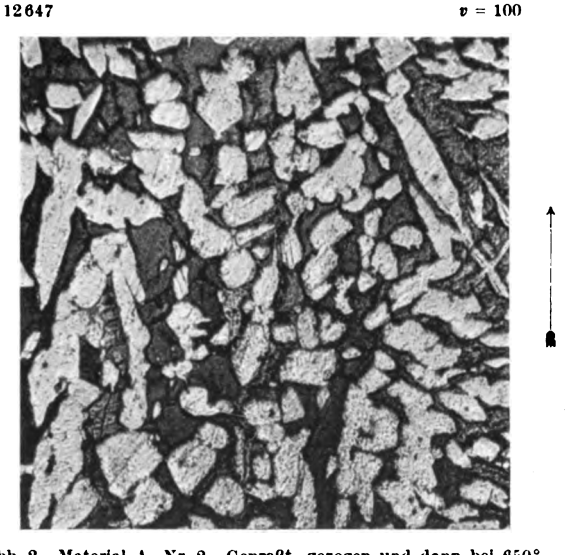


Abb. 2. Material A, Nr. 2. Gepreßt, gezogen und dann bei 650° ausgeglüht.

b) Zugversuche.

In Tabelle 1 sind die Ergebnisse der Zugversuche des Materials im Zustand der Einlieferung ins Amt zusammen gestellt.

In Abb. 4a sind die Mittelwerte graphisch aufgetragen. Das nur gepreßte Material Nr. 2 hat niedrigste Festigkeit bei höchster Dehnung. Durch das Kaltziehen der gepreßten Stange (Material Nr. 1) wurde die Festigkeit um rund 200 kg/cm² gesteigert, die Dehnung jedoch beträchtlich verringert (von 34,9 auf 28,6%). Durch das Richten der vorher gepreßten und gezogenen Stange

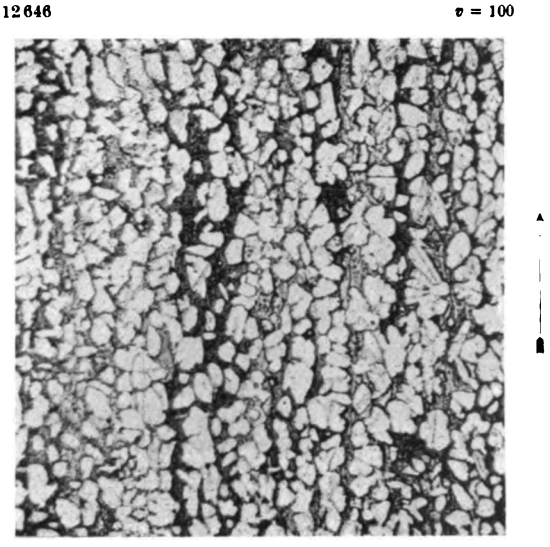


Abb. 3. Material A, Nr. 3. Gepreßt, gezogen und gerichtet.

ist ein weiteres Ansteigen der Festigkeit (wiederum um rund 200 kg/cm²) und ein weiteres Herabsinken der Dehnung erzielt worden. Auffallend bleibt hierbei, daß sich nicht auch ψ in gleicher Weise ändert. Zur Ermittlung der Festigkeitseigenschaften im ausgeglühten Zustand wurden Probestäbe aus allen drei Stadien der Verarbeitung je 2 Stunden bei 650° ausgeglüht und an der Luft abkühlen gelassen. Die Ergebnisse der Festigkeitsprüfungen sind in Tabelle 2 zusammengestellt und die Mittelwerte in Abb. 4b graphisch aufgetragen.

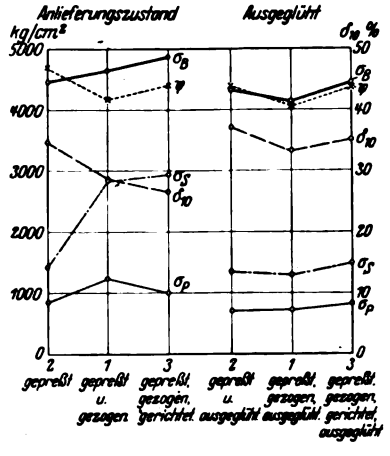


Abb. 4 a. Abb. 4 b.

Abb. 4 a u. b. Zugversuche mit Material A.

Aus Tabelle 2 und Abb. 4b geht hervor, daß durch das Ausglühen bei 650° auch bei der gepreßten Stange Nr. 2 ein zwar schwaches, aber deutliches Herabsinken der Festigkeit und Ansteigen der Dehnung zu erzielen war. Bei der gepreßten und kaltgezogenen Stange Nr. 1 wurde die Festigkeit durch das Ausglühen am stärksten heruntergedrückt; die Dehnung erreicht jedoch nicht den hohen Wert wie bei Material Nr. 2. Bei Material Nr. 3 (gepreßt, gezogen und gerichtet) wurden durch

[1] Über die Entstehungsbedingungen dieser verschiedenen Gefügeausbildungen siehe II. Teil, Seite 44.

Digitized by Google

Tabelle 1. Anlieferungszustand.

Material	Zustand des Materials	Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannung kg/cm²: σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzeverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	Elastizitätsmodul $\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
A 58,36 Cu 1,24 Pb 0,14 Fe Spur Sn Rest Zn	Nr. 2 gepreßt (30 mm)	1,011	0,803	870	1430	4480	32	34,7	45	—
		1,011	0,803	870	1430	4450	32	32,8	47	—
		1,009	0,800	750	1430	4440	32	37,2	48	—
	Mittel:	—	—	**830**	**1430**	**4460**	**32**	**34,9**	**47**	—
	Nr. 1 gepreßt und gezogen (29 mm)	1,010	0,801	1250	2810	4650	60	29,5	42	1005000
		1,011	0,803	1250	2810	4670	60	28,2	39	1013000
		1,011	0,803	1120	2860	4700	61	28,2	44	1024000
	Mittel:	—	—	**1210**	**2830**	**4670**	**60**	**28,6**	**42**	**1014000**
	Nr. 3 gepreßt, gezogen und gerichtet (29 mm)	1,014	0,808	990	2920	4890	60	27,3	45	1037000
		1,010	0,810	1000	2950	4870	61	26,0	43	1040000
	Mittel:	—	—	**1000**	**2940**	**4880**	**61**	**26,7**	**44**	**1038500**

Tabelle 2. 2 Stunden bei 650° C ausgeglüht und an der Luft abgekühlt.

Material	Zustand des Materials	Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannung kg/cm²: σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzeverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	Elastizitätsmodul $\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
A 58,36 Cu 1,24 Pb 1,14 Fe Spur Sn Rest Zn	Nr. 2 gepreßt und ausgeglüht	1,009	0,800	750	1330	4340	31	37,6	42	—
		1,010	0,801	750	1340	4310	31	35,4	45	—
		1,009	0,800	750	1310	4310	30	38,3	46	—
	Mittel:	—	—	**750**	**1330**	**4320**	**31**	**37,1**	**44**	—
	Nr. 1 gepreßt, gezogen und ausgeglüht	1,009	0,800	880	1440	4220	34	Außerhalb der Teilung gerissen		
		1,009	0,800	630	1210	4000	30	30,7	40	—
		1,011	0,803	750	1270	4170	30	35,9	42	—
	Mittel:	—	—	**750**	**1310**	**4130**	**31**	**33,3**	**41**	—
	Nr. 3 gepreßt, gezogen, gerichtet und ausgeglüht	1,010	0,801	870	1500	4460	34	36,0	45	—
		1,012	0,804	870	1470	4450	33	34,7	42	—
	Mittel:	—	—	**870**	**1490**	**4460**	**34**	**35,4**	**44**	—

das Ausglühen annähernd dieselben Festigkeits- und Dehnungszahlen erreicht wie beim Material 2 im gepreßten Zustand.

c) Spannungsmessungen.

Kaltgerecktes Material enthält innere, sog. Reckspannungen oder Eigenspannungen, die nach dem Verfahren von E. Heyn und O. Bauer[1] durch Messung der Längenänderungen eines Stabes vor und nach dem Abdrehen von dünnen Schichten rechnerisch ermittelt werden können.

Es war von Interesse festzustellen, ob die durch das Kaltziehen bedingten Eigenspannungen der Stange Nr. 1 durch das nachträgliche Richten (Stange Nr. 3) Erhöhung oder Verringerung erfahren. Der Elastizitätsmodul E des Messings schwankt mit dem Bearbeitungszustand (s. Tabelle 1). Für sämtliche in vorliegender Arbeit durchgeführten Spannungsmessungen wurde für E der einheitliche Wert von 1000000 kg/cm² in Rechnung gesetzt[1].

In Tabelle 3 sind die Spannungsmessungen der gepreßten und gezogenen Stange Nr. 1 und in Tabelle 4 die der gepreßten, gezogenen und gerichteten Stange Nr. 3 zusammengestellt und in Abb. 5 und 6 graphisch aufgetragen[2].

Aus den Tabellen 3 und 4 und den Abb. 5 und 6 geht folgendes hervor:

1. Das gepreßte und gezogene Material weist in der Außenzone starke Zugspannungen auf; sie gehen über

[1] Über die Durchführung des Verfahrens siehe III. Teil (Anhang) Seite 57.

[1] Die dadurch bedingten Abweichungen sind nicht erheblich, sie schwanken im vorliegenden Falle zwischen 0,5 und 4 % (siehe Tabelle 1).

[2] Über die Art der graphischen Darstellung siehe III. Teil (Anhang) Seite 58.

Digitized by Google

eine neutrale Faser in Druckspannungen über (s. Tabelle 3 und Abb. 5).

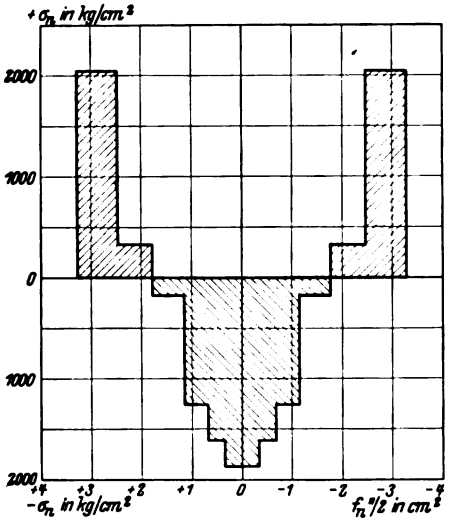


Abb. 5. Reckspannungen. Material A, Nr. 1. Gepreßt und gezogen.

2. Durch das Richten der gezogenen Stange sind die Zugspannungen wesentlich geringer geworden. Die neutrale Faser hat sich mehr nach dem inneren Teil der Stange verschoben, so daß die Druckspannungen im

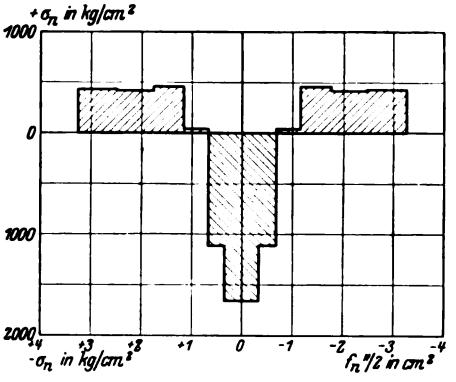


Abb. 6. Reckspannungen. Material A, Nr. 3. Gepreßt, gezogen und gerichtet.

restlichen Teil, die den Zugspannungen das Gleichgewicht halten müssen, immer noch beträchtlich erscheinen.

Tabelle 3. Spannungsmessungen (Abb. 5).
Material Nr. 1 (gepreßt und gezogen).
(Ursprüngliche Länge der Abdrehung $l = 17{,}01$ cm.)

Nr. der abgedrehten Schicht	Durchmesser des Stabes nach der n ten Abdrehung cm	Querschnitt: der abgedrehten Schicht f'_n cm²	Querschnitt: des übrigbleibenden Stabteiles f''_n cm²	Längenänderung des Stabes nach der n ten Abdrehung $l_n - l$ cm	Spannung in der n ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in kg/cm²
0	2,89	0	6,560	—	—
1	2,51	1,612	4,948	0,01135	+2050
2	2,11	1,451	3,497	0,01836	+ 325
3	1,71	1,200	2,297	0,02633	— 180
4	1,32	0,928	1,367	0,02955	—1265
5	0,93	0,691	0,678	0,03188	—1610
—	0	0,678	0	—	—1875

Tabelle 4. Spannungsmessungen (Abb. 6).
Material Nr. 3 (gepreßt, gezogen und gerichtet).
(Ursprüngliche Länge der Abdrehung $l = 17{,}02$ cm.)

Nr. der abgedrehten Schicht	Durchmesser des Stabes nach der n ten Abdrehung cm	Querschnitt: der abgedrehten Schicht f'_n cm²	Querschnitt: des übrigbleibenden Stabteiles f''_n cm²	Längenänderung des Stabes nach der n ten Abdrehung $l_n - l$ cm	Spannung in der n ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in kg/cm²
0	2,89	0	6,560	—	—
1	2,51	1,612	4,948	0,00235	+ 425
2	2,12	1,418	3,530	0,00619	+ 420
3	1,71	1,233	2,297	0,01371	+ 465
4	1,32	0,928	1,369	0,02350	+ 45
5	0,928	0,693	0,676	0,02819	—1120
—	—	0,676	0	—	—1655

Material B.

1. Probenmaterial.

Zunächst wurden drei kleine Abschnitte (Gewicht 4,8 kg) Messing übersandt. Hierzu wurden folgende Angaben gemacht:

„Die Stangen sind hergestellt aus Gußbolzen von 180 mm ∅ und in einer 2000-Tonnen-Presse auf 21 mm sechskant gepreßt. Beim Pressen trat ein Anfangsdruck von 150 Atm. auf, welcher sich steigerte auf 180, bis zum Schlusse 240 Atm. Die Preßgeschwindigkeit betrug 0,8 m in der Sekunde und die Preßtemperatur 650 bis 675°. Nach dem Pressen wurden die Stangen gebeizt und in einem Zuge von 21 mm auf 19 mm sechskant gezogen[1]. Eine Zwischenglühung erfolgte nicht."

Da das Probenmaterial für die beabsichtigten Untersuchungen nicht ausreichte, so wurden nachträglich noch 15 m Sechskantmessing (19 mm) übersandt. Die chemische Zusammensetzung (Werksanalyse[2]) war folgende:

„57,95 % Kupfer
2,05 „ Blei
0,25 „ Eisen
39,75 „ Zink."

2. Untersuchung (Material B).

a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge.

Messing B beginnt bei 884° zu erstarren, die $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlung tritt bei 443° ein.

Abb. 7 ($v = 100$) zeigt das Kleingefüge im Anlieferungszustand[3]; es entspricht dem Gefüge des Materials A im gepreßten und gezogenen Zustand (nadliges Gefüge, s. Abb. 1). Nach dem Ausglühen bei 650° erscheinen die α-Kristalliten zusammengeballt (s. Abb. 8, $v = 100$).

b) Zugversuche.

Zunächst wurde die Zugfestigkeit des Materials im Anlieferungszustand, nach dem Ausglühen bei 650° und nach dem Abschrecken von 750° (also aus dem β-Gebiet) ermittelt.

---

[1] Der Durchmesser des eingeschriebenen Kreises beträgt 19 mm.

[2] Die im K.-W.-Inst. für Metallforschung ausgeführte Analyse ist Seite 43 mitgeteilt.

[3] Der Pfeil deutet die Längsachse der Stange an.

Digitized by Google

Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 zusammengestellt und in Abb. 9a graphisch aufgetragen. Aus Tabelle 5 und Abb. 9a geht folgendes hervor:

Material B weist im Anlieferungszustand hohe Festigkeit und hohe Streckgrenze $\left(\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100 = 79\right)$ bei niedriger

Abb. 7. Material B, gepreßt und gezogen.

Dehnung auf. Der Kaltreckungsgrad ist demnach ein beträchtlicher. Durch das Ausglühen bei 650° wird die Festigkeit und vor allem die Streckgrenze wesentlich erniedrigt. Auch bei diesem Material ist auffallend, daß trotz sehr viel geringerer Dehnung (gegenüber Material A, Tabelle 1) die Querschnittsverminderung ψ in den beiden ersten Zuständen (Anlieferung und 650° Glühung) nahezu gleich groß ist.

Nach dem Abschrecken bei 750° war das Streckgrenzverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100 = 55$ wieder gestiegen, die Streckgrenze σ_S also erhöht ohne gleichzeitige wesentliche Erhöhung von σ_B. Bei Zustand 3 (Abschrecken) ändert sich auch ψ.

Das Abschrecken wirkt im übrigen stärker abweichend auf δ und ψ als das Kaltrecken (gepreßt und gezogen), obwohl die Streckgrenze nicht die Höhe erreicht wie bei Zustand 1. Demzufolge ist auch σ_S/σ_B kleiner als bei Zustand 1.

Im geglühten Zustande stimmen übrigens die beiden Materialien A und B in allen Eigenschaften nahezu überein.

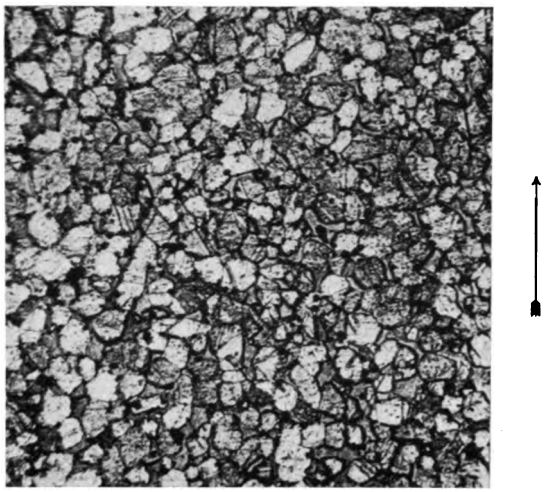
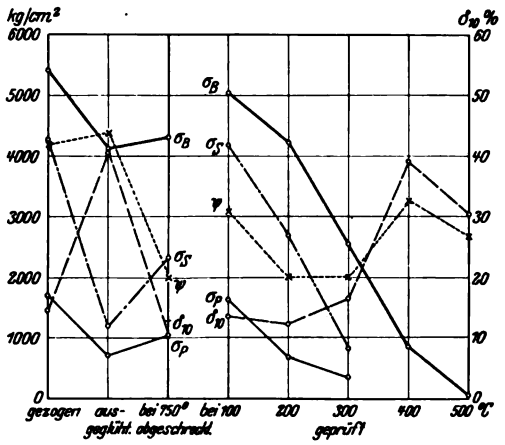


Abb. 8. Material B, gepreßt, gezogen und bei 650° ausgeglüht.



a bei gewöhnlicher Temperatur geprüft. b bei höherer Temperatur geprüft.

Abb. 9a u. b. Zugversuche mit Material B.

Tabelle 5. Zugversuche bei gewöhnlicher Temperatur (Abb. 9a).

Material	Zustand des Materials	Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannung kg/cm² σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzeverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	Elastizitätsmodul $\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
B 57,95 Cu 2,05 Pb 0,25 Fe Rest Zn	1. Anlieferungszustand (gepreßt und gezogen)	1,009	0,800	1630	4250	5380	79	15,8	43	1140000
		1,012	0,804	1740	4290	5410	79	12,5	42	1150000
		1,008	0,798	1750	4260	5450	78	15,1	40	1140000
	Mittel:	—	—	**1710**	**4270**	**5410**	**79**	**14,5**	**42**	**1143300**
	2. 2 Stunden bei 650° ausgeglüht und an der Luft der Abkühlung überlassen	1,006	0,795	630	1190	4180	28	41,9	47	1100000
		1,007	0,796	750	1210	4080	30	38,4	38	1028000
		1,009	0,800	750	1200	4090	29	42,0	48	1015000
	Mittel:	—	—	**710**	**1200**	**4120**	**29**	**40,8**	**44**	**1047800**
	3. 2 Stunden bei 750° geglüht und dann in Wasser von 18° abgeschreckt	1,024	0,824	970	2320	4280	54	11,4	21	1070000
		1,022	0,824	1100	2380	4330	55	9,5	19	1078000
	Mittel:	—	—	**1040**	**2350**	**4310**	**55**	**10,5**	**20**	**1074000**

Digitized by Google

Tabelle 6. Zugversuche bei höheren Temperaturen (Abb. 9b).

Material	Zustand des Materials		Abmessungen		Festigkeit				Formänderung	
			Durchmesser d cm	Querschnitt F cm²	Spannung kg/cm² σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzeverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$
B 57,95 Cu 2,05 Pb 0,25 Fe Rest Zn	Geprüft bei den nebenstehenden Temperaturen	100°	1,016	0,811	1360	4160	5060	82	14,1	33
			1,018	0,814	1720	4150	5100	81	15,4	34
			1,021	0,819	1830	4250	5010	85	11,6	26
		Mittel:	—	—	**1640**	**4190**	**5060**	**83**	**13,7**	**31**
		200°	1,017	0,812	740	2710	4250	64	11,4	15
			1,016	0,811	490	2710	4190	65	13,9	23
			1,022	0,920	850	2680	4270	63	11,5	22
		Mittel:	—	—	**690**	**2700**	**4240**	**64**	**12,8**	**20**
		300°	1,014	0,808	430	930	2720	34	15,8	20
			1,012	0,819	310	810	2560	32	16,5	19
			1,010	0,801	370	760	2370	32	18,1	21
		Mittel:	—	—	**370**	**830**	**2550**	**33**	**16,8**	**20**
		400°	1,023	0,822	—	—	910	—	40,7	34
			1,015	0,809	—	—	800	—	38,1	31
		Mittel:	—	—	—	—	**860**	—	**39,4**	**33**
		500°	1,016	0,811	—	—	31	—	30,9	27

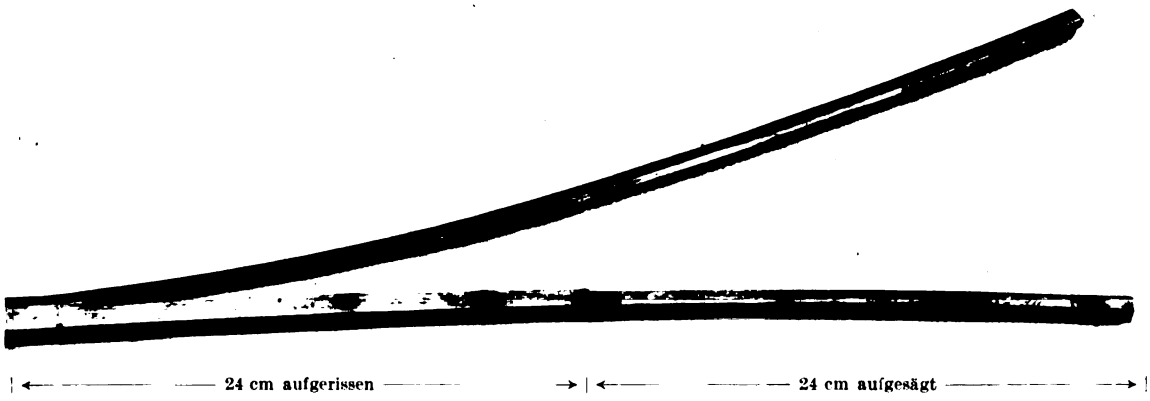


Abb. 10. Längsaufreißen einer Sechskantstange (Material B) infolge innerer Spannungen nach dem Aufschneiden mittels Kaltsäge.

Zugversuche bei höheren Temperaturen[1] (bei 100, 200, 300, 400 und 500°) ergaben die in Tabelle 6 und Abb. 9b zusammengestellten Ergebnisse.

Aus Tabelle 6 und Abb. 9b geht hervor, daß bereits bei 200° die Proportionalitätsgrenze und die Streckgrenze stark abfallen. Bei 300° liegt bereits die Festigkeit (σ_B) weit unter der der ausgeglühten Proben bei gewöhnlicher Temperatur (Tabelle 5). Bei 400° ist die Festigkeit nur noch gering und bei 500° ist sie kaum noch vorhanden. Dehnung und Querschnittsverminderung erreichen bei 400° Höchstwerte. Bei 500° tritt bereits deutlicher Abfall ein. Dieser starke Abfall der Festigkeit oberhalb etwa 350° hängt mit dem hohen Bleigehalt ursächlich zusammen. Das Blei liegt im Messing als elementares Blei vor[2]. Im Gußblock tritt es in Tröpfchenform auf, durch den Preß- und Ziehvorgang werden die Tröpfchen weitgehend gestreckt. Bei 326° tritt bereits Verflüssigung des Bleies ein: hierdurch wird der Zusammenhang innerhalb des Materials unterbrochen und die Festigkeit (σ_B) sinkt ab, während die Dehnbarkeit stark ansteigt.

[1] Über die Durchführung der Zugversuche bei hohen Temperaturen siehe III. Teil (Anhang) Seite 56.

[2] Siehe II. Teil Seite 44.

c) Nachweis von Spannungen.

Aus den Zugversuchen (Tabelle 5) ging bereits hervor, daß das Material B starke Kaltreckung erfahren hatte. Es war daher zu erwarten, daß starke innere Spannungen auftreten würden. Von einer quantitativen Messung der Reckspannungen nach dem Verfahren von E. Heyn und O. Bauer[1] wurde wegen des Sechskantprofils des Materials B Abstand genommen. Der Nachweis der Spannungen geschah auf qualitativem Wege.

Beim Zerlegen eines etwa 75 cm langen Abschnitts der Sechskantstange in der Längsachse durch eine Kaltsäge trat zunächst nur ein schwaches Aufklaffen und Aufbiegen der beiden Hälften ein, als der Sägenschnitt 24 cm weit vorgedrungen war, riß plötzlich die Stange in der Längsachse um weitere 24 cm auf (s. Abb. 10).

[1] Siehe III. Teil (Anhang) Seite 57.

Digitized by Google

Ein weiteres Mittel zum Nachweis von Reckspannungen ist Ätzung mit Quecksilbernitratlösung[1].

Mit starken Spannungen behaftetes Messing reißt nach einiger Zeit auf, während spannungsarmes oder spannungsfreies Messing durch Quecksilbernitrat nicht zum Aufreißen gebracht werden kann.

Probeabschnitte von etwa 100 mm Länge aus der Sechskantstange B wurden nach verschiedener Vorbehandlung mit Quecksilbernitrat geätzt. Die Ergebnisse sowie nähere Angaben über Vorbehandlung, Ätzdauer usw. sind in Tabelle 7 zusammengestellt. Einige der geätzten Probeabschnitte sind in Abb. 11 im Lichtbild wiedergegeben.

Tabelle 7. Ätzversuche mit Messing B in Quecksilbernitratlösung.

Zustand der Probestücke	Ätzung	Aussehen der Probestücke nach der Ätzung	Abbildungen
Anlieferungszustand	1 proz. Quecksilbernitratlösung. Ätzdauer: 24 Stunden.	Starke Aufspaltung u. zahlreiche Risse	11a
2 Stunden bis 50° angelassen		do.	11b
2 Stunden bis 100° angelassen		do.	11c 11d
2 Stunden bis 150° angelassen		Aufspaltungen, jedoch nicht so tiefgehend wie oben	11e 11f
2 Stunde bis 200° angelassen		Rißfrei geblieben	—
2 Stunden bis 250° angelassen		do.	—
2 Stunden bis 300° angelassen		do.	—
2 Stunden bei 350° angelassen		do.	—
2 Stunden bei 400° angelassen		do.	—
auf 18,8 mm ⌀ abgedreht		Starke Aufspaltung und zahlreiche Risse	11g
auf 17,1 mm ⌀ abgedreht		do.	11h
auf 15,5 mm ⌀ abgedreht		Schwache Aufspaltung	11i
auf 13,1 mm ⌀ abgedreht		Rißfrei geblieben	—
auf 10,8 mm ⌀ abgedreht		do.	—
auf 10 mm Breite abgehobelt		Starke Aufspaltung	11k 11l

Aus Tabelle 7 und Abb. 11 ergibt sich, daß bereits 200° Anlaßhitze genügen, um die Reckspannungen so weit zu erniedrigen, daß Aufreißen nach Ätzung mit Quecksilbernitrat nicht mehr eintritt.

Bei kaltgezogenen Profilen enthalten die Außenschichten Zugspannungen, die über eine neutrale Zone in Druckspannungen übergehen (s. auch Abb. 5). Durch Abdrehen der Außenschichten muß es daher möglich sein, zu Querschnitten mit immer geringeren Zugspannungen zu kommen. Die in Tabelle 7 mitgeteilten Versuche bestätigen obiges. Schon nach dem Abdrehen auf 15,5 mm Durchmesser[1] traten nach Ätzung mit Quecksilbernitrat nur noch schwache Aufspaltungen auf (s. auch Abb. 11i) und nach dem Abdrehen auf 13,1 mm

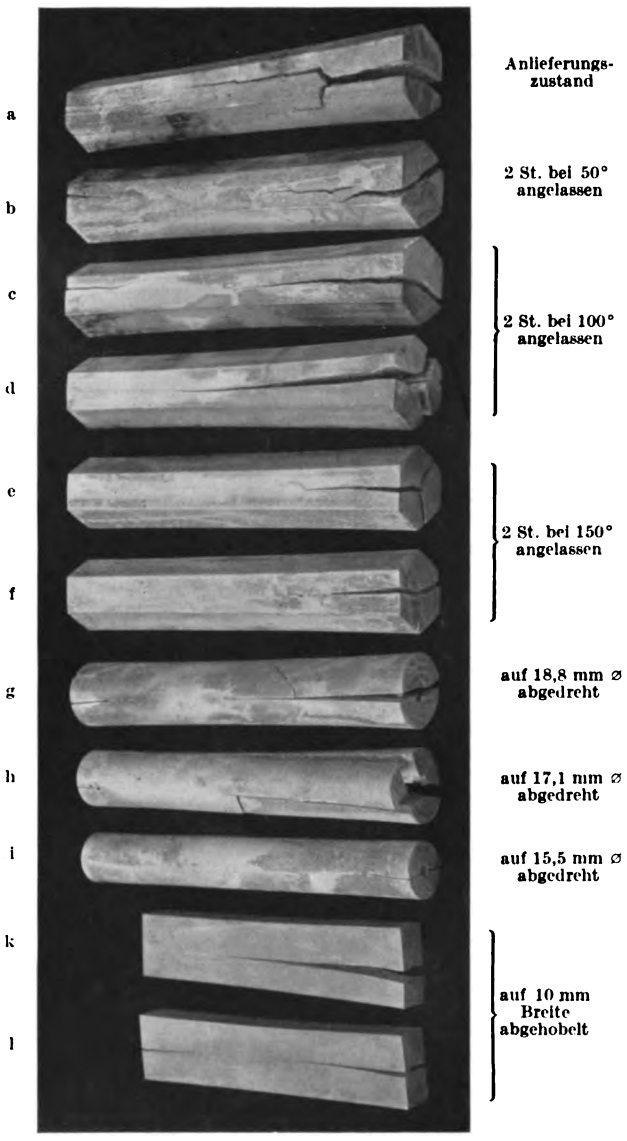


Abb. 11. Ätzversuche mit Messing B in Quecksilbernitratlösung nach verschiedener Vorbehandlung der Probestücke.

Durchmesser blieben die Probenabschnitte bereits rißfrei. Durch einseitiges oder auch beiderseitiges Abhobeln konnten jedoch, wie auch nicht anders zu erwarten, die Spannungen nicht aufgehoben werden (s. Abb. 11k u. l).

d_1) Kerbschlagversuche[2] bei gewöhnlicher Temperatur.

Die Lage der Probestäbe im Sechskantprofil ist aus Abb. 12 ersichtlich.

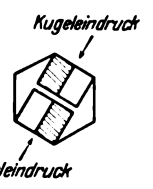


Abb. 12. Lage der Kerbschlagprobe im Sechskantprofil B.

Die Stäbe wurden auf verschieden hohe Temperaturen t erhitzt (Zeitdauer der Erhitzung 2 St. lang) und dann in Wasser von Zimmerwärme abgeschreckt.

[1] Näheres siehe III. Teil (Anhang), Seite 57.

[1] Der Durchmesser des eingeschriebenen Kreises im ursprünglichen Querschnitt des Sechskantmessing betrug 19 mm.

[2] Über die Abmessungen der Probestäbe und die Durchführung der Kerbschlagversuche siehe III. Teil (Anhang) Seite 57.

Digitized by Google

In Tabelle 8 sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt und in Abb. 13 graphisch aufgetragen.

Aus Tabelle 8 und Abb. 13 geht hervor, daß durch Anlassen bis 50 und 100° die an und für sich nicht erhebliche Kerbzähigkeit des kaltgereckten Messings zunächst noch weiter heruntergedrückt wird. Es ist dies die gleiche Erscheinung, die man auch bei kaltgerecktem Eisen („Altern des Eisens") beobachtet[1].

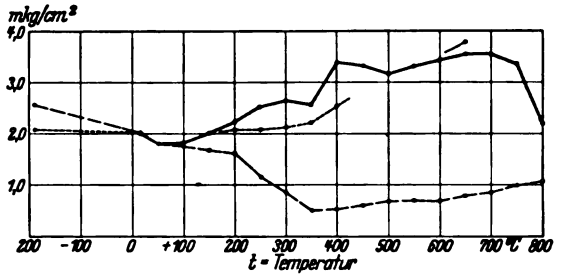


Abb. 13. Kerbschlagversuche mit Material B.

•——• von $t°$ in Wasser abgeschreckt,
•– – –• bei $t°$ geschlagen,
•·····• von $t°$ auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Bei 200° beginnt bereits die Anlaßwirkung sich kenntlich zu machen und bei 400° ist der Höchstwert der Schlagarbeit erreicht. Von 400 bis 700° ändert sich die Schlagfestigkeit der abgeschreckten Proben nicht erheblich, bei 750° fängt sie an abzusinken und bei 800° Abschrecktemperatur, also im reinen β-Gebiet (s. Abb. 61), wird das Messing wieder merkbar spröder. Einige weitere Kerbschlagversuche mit Probestäben, die bei verschiedenen Temperaturen angelassen waren und bei denen die Abkühlung an der Luft erfolgt war, sind in Tabelle 9 zusammengestellt und ebenfalls in Abb. 13 eingetragen.

Nach Tabelle 9 und Abb. 13 ist die Abkühlung auf —191° auf die Schlagarbeit bei Zimmerwärme ohne Einfluß. Schlägt man aber die Probe bei —191°, so erscheint das Messing deutlich zäher. Die starke Temperaturerniedrigung hat etwa die Wirkung des Anlassens bei 400° mit nachfolgender Luftabkühlung. Im allgemeinen wiesen die angelassenen und auf Zimmerwärme abgekühlten Proben geringere Schlagarbeiten auf als die nach dem Anlassen abgeschreckten; nur die bei 650° ausgeglühten Proben besaßen etwas höhere Schlagfestigkeit als die entsprechenden abgeschreckten.

d_2) Kerbschlagversuche bei höheren Temperaturen.

Die Entnahme der Probestäbe erfolgte in der gleichen Weise wie bei den Versuchen unter d_1) (Abb. 12). Die Stäbe wurden 2 St. lang auf verschieden hohe Temperaturen t erhitzt, dann möglichst schnell auf die Backen des Pendelhammers aufgelegt und sofort geschlagen. Eine schwache Erniedrigung der Temperatur der Außenschicht der Stäbe war dabei unvermeidlich; sie wurde für die Temperaturen bis etwa 400° auf $< 5°$ und für die höheren Temperaturen auf etwa 8 bis 10° geschätzt.

[1] Hiernach kommt die volle Wirkung der Kaltreckung erst nach einer gewissen Zeit (Alterung) zur Geltung. Durch schwaches Anlassen kann die Erreichung der Alterungsgrenze beschleunigt werden.

Tabelle 8. Kerbschlagversuche mit Material B bei gewöhnlicher Temperatur.

Zustand des Materials	Spezifische Schlagarbeit Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²	Zustand des Materials	Spezifische Schlagarbeit Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²
Anlieferungszustand	1,96				
	2,04	2,04	von 450°	3,44	
	2,02		abgeschreckt	3,11	3,31
	2,03			3,37	
von 50°	1,80		von 500°	3,29	
abgeschreckt	1,78	1,80	abgeschreckt	3,01	3,12
	1,80			3,06	
von 100°	1,80		von 550°	3,13	
abgeschreckt	1,88	1,82	abgeschreckt	3,20	3,30
	1,78			3,58	
von 150°	1,92		von 600°	3,56	
abgeschreckt	2,05	2,00	abgeschreckt	3,22	3,41
	2,03			3,45	
von 200°	2,21		von 650°	3,95	
abgeschreckt	2,35	2,22	abgeschreckt	3,02	3,53
	2,10			3,60	
von 250°	2,56		von 700°	3,35	
abgeschreckt	2,55	2,52	abgeschreckt	3,53	3,53
	2,45			3,72	
von 300°	2,62		von 750°	3,38	
abgeschreckt	2,68	2,64	abgeschreckt	3,26	3,35
	2,61			3,40	
von 350°	2,60		von 800°	2,21	
abgeschreckt	2,52	2,56	abgeschreckt	2,17	2,19
	2,57			2,20	
von 400°	3,41				
abgeschreckt	3,35	3,39			
	3,41				

Tabelle 9. Weitere Kerbschlagversuche mit Material B nach verschiedener Vorbehandlung.

Zustand des Materials	Spezifische Schlagarbeit Einzelwerte mkg cm²	Mittel mkg cm²
2 St. bei —191° gekühlt und auf Zimmerwärme erwärmt	2,03	
	2,16	2,09
	2,09	
2 St. bei —191° gekühlt und bei —191° geschlagen	2,56	
	2,51	2,55
	2,58	
2 St. bei 200° angelassen und an der Luft abgekühlt	2,09	
	2,07	2,08
	2,10	
	2,07	
2 St. bei 250° angelassen und an der Luft abgekühlt	2,10	
	2,09	2,09
	2,10	
	2,07	
2 St. bei 300° angelassen und an der Luft abgekühlt	2,17	
	2,13	2,14
	2,09	
	2,15	
2 St. bei 350° angelassen und an der Luft abgekühlt	2,18	
	2,23	2,22
	2,22	
	2,23	
2 St. bei 400° angelassen und an der Luft abgekühlt	2,61	
	2,57	2,55
	2,51	
	2,52	
2 St. bei 650° angelassen und an der Luft abgekühlt	3,78	
	3,85	3,78
	3,71	

Digitized by Google

Die Ergebnisse sind in Tabelle 10 zusammengestellt und in Abb. 13 aufgetragen.

Aus Tabelle 10 und Abb. 13 geht hervor, daß die Schlagarbeit bei 50 und 100° nahezu die gleiche ist wie bei den bei 50 und 100° angelassenen Proben. Bis 200° fällt sie zunächst sehr langsam, dann beginnt ein schneller Abfall und bei 300° Prüftemperatur wird der Mindestwert erreicht. Von 400° an beginnt die Schlagfestigkeit langsam aber stetig anzusteigen, ist jedoch auch bei 800° nur etwa halb so groß wie bei Zimmertemperatur. Der mit dem Bleigehalt zusammenhängende Wendepunkt bei etwa 350° tritt auch hier deutlich in Erscheinung.

Tabelle 10. Kerbschlagversuche mit Material B bei höheren Temperaturen.

Zustand des Materials	Spezifische Schlagarbeit		Zustand des Materials	Spezifische Schlagarbeit	
	Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²		Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²
bei 50°	1,77		bei 450°	0,54	
geschlagen	2,23	1,83	geschlagen	0,65	0,60
	1,50			0,61	
bei 100°	1,81		bei 500°	0,65	
geschlagen	1,77	1,77	geschlagen	0,74	0,68
	1,74			0,66	
bei 150°	1,42		bei 550°	0,70	
geschlagen	1,78	1,69	geschlagen	0,66	0,70
	1,88			0,73	
bei 200°	1,47		bei 600°	0,52	
geschlagen	1,52	1,63	geschlagen	0,68	0,69
	1,89			0,87	
bei 250°	1,02		bei 650°	0,79	
geschlagen	0,96	1,14	geschlagen	0,88	0,82
	1,44			0,78	
bei 300°	0,81		bei 700°	—	
geschlagen	0,90	0,85	geschlagen	—	0,86
	0,84			0,86	
bei 350°	0,39		bei 750°	0,97	
geschlagen	0,42	0,51	geschlagen	—	0,99
	0,73			1,01	
bei 400°	0,54		bei 800°	1,06	
geschlagen	0,41	0,52	geschlagen	1,07	1,07
	0,62			1,09	

e) Kugeldruckversuche.

Für die Bestimmung der Brinellhärte[1] wurden die Reste der Kerbschlagproben verwandt. Die Wärmebehandlung war also die gleiche (s. Angaben in Tabelle 8 und 9). An den bei höheren Temperaturen geprüften Proben (s. Tabelle 10) wurden die Härtebestimmungen erst nach dem Abkühlen auf Zimmerwärme durchgeführt. Die Kugeleindrucke wurden an den in Abb. 12 durch Pfeile gekennzeichneten Seitenflächen der Schlagproben ausgeführt[2]. In den Tabellen 11 und 12 sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt und in Abb. 14 graphisch aufgetragen.

Aus den Tabellen 11 und 12 und Abb. 14 geht folgendes hervor:

Die Härte der angelassenen und in Wasser abgekühlten Proben sinkt von 200° Anlaßhitze deutlich ab. Ein weiterer starker Abfall der Härte tritt bei 400° Anlaßhitze auf; von etwa 650° an steigt die Härte nach dem Abschrecken regelmäßig an. Der Verlauf der Härtekurve der auf Zimmerwärme abgekühlten Proben ist bis etwa 600° der gleiche wie oben, nur liegen alle Werte etwas unter den Werten für die abgeschreckten Proben.

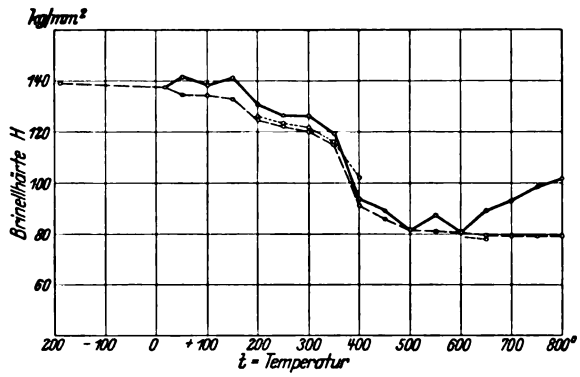


Abb. 14. Kugeldruckversuche mit Material B.
•——• von $t°$ in Wasser abgeschreckt,
•– – –• von $t°$ auf den Backen des Pendelhammers auf Zimmerwärme abgekühlt,
•·····• von $t°$ auf Zimmerwärme abgekühlt.

Von 600° Glühtemperatur an änderte sich die Härte nicht mehr, während sie bei den abgeschreckten Proben stetig anstieg. Die Erklärung ist darin zu suchen, daß der β-Mischkristall im abgeschreckten Zustand deutlich härter ist als der β'-Mischkristall. Mit zunehmender Abschrecktemperatur steigt die Menge der β-Mischkristalle und bei etwa 700° tritt die Legierung bereits in den Bereich der reinen β-Mischkristalle (s. Abb. 61).

Tabelle 11. Härtebestimmungen mit Material B bei gewöhnlicher Temperatur.

Zustand des Materials	Brinellhärte H		Zustand des Materials	Brinellhärte H	
	Einzelwert kg/mm²	Mittel kg/mm²		Einzelwert kg/mm²	Mittel kg/mm²
	138,6				
Anlieferungs-	137,6	137,6	von 450°	89,0	
zustand	137,0		abgeschreckt	88,9	88,9
	137,2			88,8	
von 50°	142,7		von 500°	81,2	
abgeschreckt	140,9	141,5	abgeschreckt	81,7	81,6
	140,8			82,0	
von 100°	138,3		von 550°	87,8	
abgeschreckt	137,4	137,9	abgeschreckt	87,4	87,4
	138,1			87,1	
von 150°	140,8		von 600°	79,8	
abgeschreckt	141,9	140,8	abgeschreckt	80,5	80,1
	139,8			80,1	
von 200°	130,7		von 650°	89,9	
abgeschreckt	129,2	130,3	abgeschreckt	90,0	89,6
	131,0			88,9	
von 250°	126,7		von 700°	93,6	
abgeschreckt	125,6	126,4	abgeschreckt	92,0	92,9
	127,0			93,1	
von 300°	126,7		von 750°	98,4	
abgeschreckt	125,2	126,3	abgeschreckt	98,7	98,3
	127,0			97,9	
von 350°	119,0		von 800°	100,5	
abgeschreckt	119,4	119,2	abgeschreckt	101,4	101,2
	119,1			101,6	
von 400°	93,9				
abgeschreckt	93,6	93,4			
	92,8				

[1] Über die Durchführung der Härtebestimmungen siehe III. Teil (Anhang) Seite 56.

[2] Kugeldurchmesser 5 mm. Belastung 200 kg. Dauer der Belastung 30 Sekunden.

Digitized by Google

Tabelle 12.
Weitere Härtebestimmungen mit Material B nach verschiedener Vorbehandlung.

Zustand des Materials	Brinellhärte H Einzelwerte kg/mm²	Mittel kg/mm²	Zustand des Materials	Brinellhärte H Einzelwerte kg/mm²	Mittel kg/mm²
2 St. bei —191° gekühlt und auf Zimmerwärme erwärmt	138,4 139,0 138,5 139,2 139,3 139,8	139,0	2 St. bei 300° angelassen und an der Luft abgekühlt	121,1 121,9 122,9 121,0	121,7[1]
			2 St. bei 350° angelassen und an der Luft abgekühlt	114,7 114,9 120,2 115,7	116,4[1]
2 St. bei 200° angelassen und an der Luft abgekühlt	124,5 124,8 124,1 125,3	124,7[1]	2 St. bei 400° angelassen und an der Luft abgekühlt	96,5 95,0 106,3 108,0	102,0[1]
2 St. bei 250° angelassen und an der Luft abgekühlt	123,3 122,7 123,5 123,0	123,1[1]	2 St. bei 650° angelassen und an der Luft abgekühlt	77,2 78,1 78,5	77,9[1]
2 St. bei 50° angelassen und an der Luft abgekühlt	133,3 136,1 136,2	135,2[2]	2 St. bei 450° angelassen und an der Luft abgekühlt	86,6 85,9 85,0	85,8[2]
2 St. bei 100° angelassen und an der Luft abgekühlt	137,1 136,1 130,4	134,5[2]	2 St. bei 500° angelassen und an der Luft abgekühlt	82,3 81,0 82,1	81,8[2]
2 St. bei 150° angelassen und an der Luft abgekühlt	134,6 132,4 131,2	132,7[2]	2 St. bei 550° angelassen und an der Luft abgekühlt	81.3 80,5 80,3	80,7[2]
2 St. bei 200° angelassen und an der Luft abgekühlt	125,3 124,0 124,5	124,6[2]	2 St. bei 600° angelassen und an der Luft abgekühlt	80,5 79,7 80,0	80,1[2]
2 St. bei 250° angelassen und an der Luft abgekühlt	122,3 122,2 122,6	122,4[2]	2 St. bei 650° angelassen und an der Luft abgekühlt	79,4 79,9 79,7	79,7[2]
2 St. bei 300° angelassen und an der Luft abgekühlt	120,0 120,4 121,5	120,6[2]	2 St. bei 700° angelassen und an der Luft abgekühlt	80,1 78,9 79,2	79,4[2]
2 St. bei 350° angelassen und an der Luft abgekühlt	116,6 115,0 114,4	115,3[2]	2 St. bei 750° angelassen und an der Luft abgekühlt	79,9 79,4 78,0	78,8[2]
2 St. bei 400° angelassen und an der Luft abgekühlt	89,9 92,1 91,9	91,3[2]	2 St. bei 800° angelassen und an der Luft abgekühlt	79,0 79,3 78,8	79,0[2]

Material C.

1. Probenmaterial.

Folgendes Probenmaterial stand zur Verfügung:

1 Stange von 10 kg, 21 mm ⌀, nur gepreßt, mit C_α bezeichnet.

1 Stange von 7,9 kg, 20 mm ⌀, gepreßt und von 21 mm auf 20 mm ⌀ gezogen, mit C_β bezeichnet.

6 Stäbe aus 20 mm starkem, warmgewalzem Blech geschnitten, im Gesamtgewicht von 12,7 kg. Zur Unterscheidung der Längs- und Querproben sind die Stäbe mit C_l und C_q bezeichnet.

Zu dem Probenmaterial wurden noch folgende Angaben gemacht:

Preßstange C_α.

Chemische Zusammensetzung (Werksanalyse)[1]:

57,70% Kupfer	0,40% Zinn
0,74 „ Blei	0,05 „ Arsen
0,47 „ Eisen	Rest Zink.

Verhältnis von Gußbarrendurchmesser zum Preßstangendurchmesser: 180/21.

Preßdruck: 800 ts.

Preßgeschwindigkeit: 10 m/min.

Preßtemperatur: 675°.

Gezogene Stange C_β.

Chemische Zusammensetzung (Werksanalyse)[1]:

57,66% Kupfer	0,35% Zinn
0,77 „ Blei	0,05% Arsen
0,47 „ Eisen	Rest Zink.

[1] Die Proben wurden nach der Glühbehandlung aus dem Ofen genommen und kühlten an der Luft ab.

[2] Die Proben waren nach Tabelle 10 zunächst bei der betreffenden Glühtemperatur geschlagen worden. Die Abkühlung war durch die Berührung mit dem kalten Backen des Pendelhammers etwas schroffer erfolgt wie oben.

[1] Die im K.-W.-Inst. für Metallforschung ausgeführten Analysen sind Seite 43 mitgeteilt.

Digitized by Google

Streckzahl: Anfangsquerschnitt/Endquerschnitt 3,46/3,07.

Anzahl der Ziehstufen: 2.

Anzahl der Zwischenglühungen: Keine.

Warmgewalzte Bleche C_l und C_q.

Chemische Zusammensetzung (Werksanalyse):

60,08% Kupfer	0,15% Mangan
0,70 „ Blei	0,38 „ Zinn
0,37 „ Eisen	0,04 „ Arsen
0,08 „ Aluminium	Rest Zink.

Streckzahl: 180/20.

Anzahl der Stiche: 15.

Anzahl der Zwischenglühungen: 1.

Walztemperatur: 700 bis 600°."

2. Untersuchung (Material C).

a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge.

Material C (Preßstange C_α) beginnt bei 885° zu erstarren, die $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlung geht bei 445° vor sich.

12619 $v = 100$

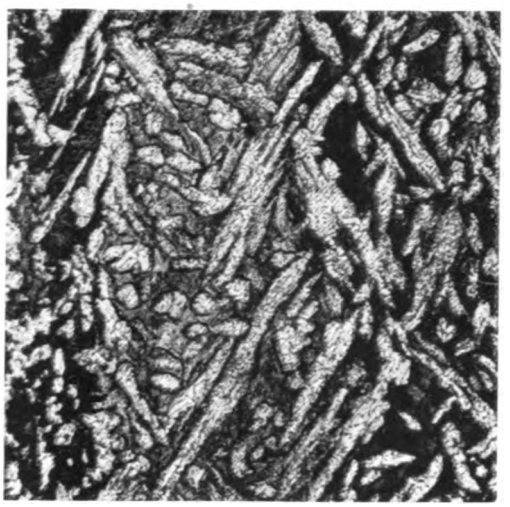


Abb. 15. Material C α, gepreßt.

12621 $v = 100$

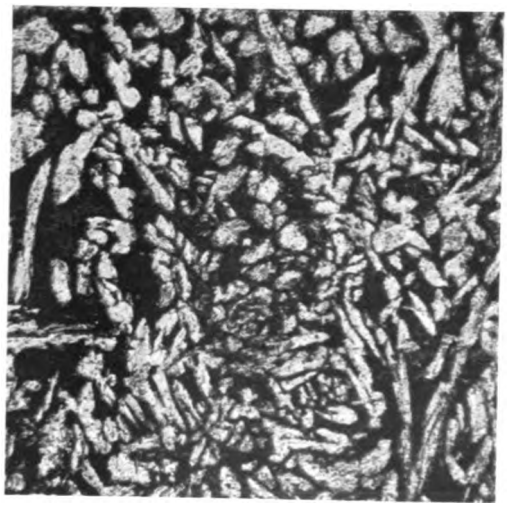


Abb. 16. Material C β, gepreßt und gezogen.

Das Kleingefüge der Stangen C_α und C_β ist das übliche nadlige Gefüge gepreßten bzw. gepreßten und gezogenen Materials (s. Abb. 15 u. 16). In dem warmgewalzten Material C_l und C_q zeigen die hier rundlich ausgeschiedenen α-Mischkristalle keine bevorzugte Streckung in irgendeiner Richtung (s. Abb. 17).

12628 $v = 100$

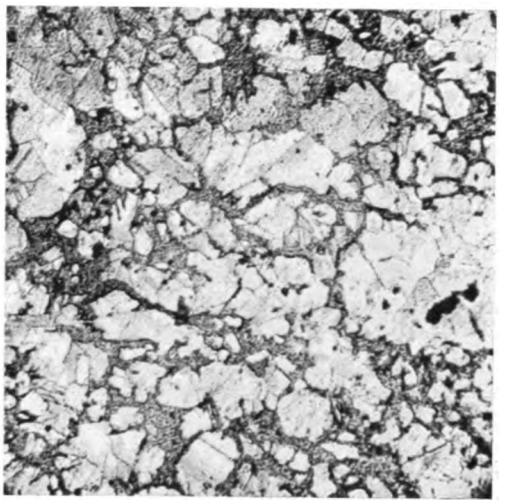


Abb. 17. Material C l, warmgewalzt.

12605 $v = 100$

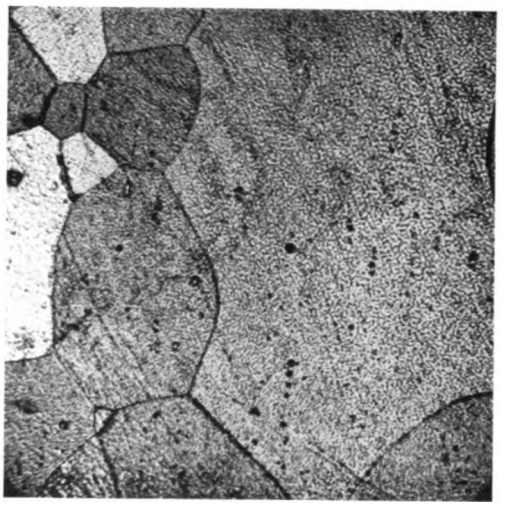
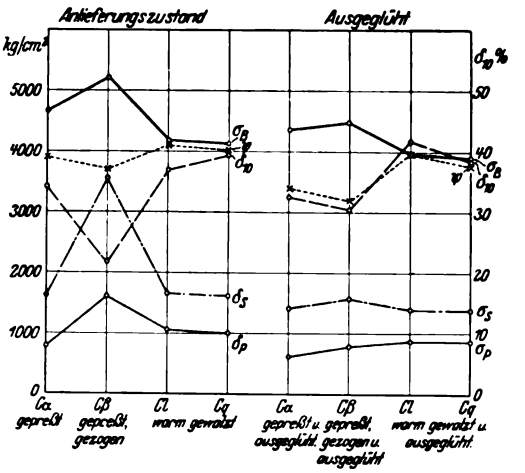


Abb. 18. Material C α, von 750° abgeschreckt.



a Anlieferungszustand. b ausgeglüht.

Abb. 19. Zugversuche mit Material C.

Schreckt man das Messing MS 58 von 750° ab, so besteht das Gefüge aus einheitlichen β-Mischkristallen (siehe Abb. 18).

Digitized by Google

b) Zugversuche.

Die Zugfestigkeit der verschiedenen Materialien C wurde sowohl im Einlieferungszustand wie auch nach zweistündigem Ausglühen bei 650° mit nachfolgender Luftabkühlung ermittelt.

Die Ergebnisse der Zugversuche sind in den Tabellen 13 und 14 zusammengestellt und in Abb. 19 graphisch aufgetragen.

1. Die gepreßte Stange C_α weist für σ_P, σ_S, σ_B und auch für die Dehnung etwas höhere Werte auf als die gepreßte und ausgeglühte Stange.

2. Durch das Kaltziehen (Stange C_β) werden die Festigkeitseigenschaften wie üblich gesteigert, die Dehnung verringert. Nach dem Ausglühen der vorher kaltgezogenen Stange bleiben die Festigkeitseigenschaften (σ_P, σ_S, σ_B) etwas höher und die Dehnung etwas niedriger als bei der nur gepreßten und dann ausgeglühten Stange.

3. Die warmgewalzten Blechstreifen wiesen in der Längs- und Querrichtung (C_l und C_q) keine wesentlichen Unterschiede in den Festigkeitseigenschaften auf. Nach dem Ausglühen sinken die Werte für σ_P, σ_S und σ_B etwas ab, die Dehnung weist bei dem Längsstreifen C_l be-

Tabelle 13. Zugversuche mit Material C bei gewöhnlicher Temperatur (Abb. 19a).

Material	Zustand des Materials	Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannung kg/cm² σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzenverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	Elastizitätsmodul $\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
C_α	Gepreßte Stange (21 mm ⌀)	1,011	0,803	870	1630	4680	35	34,4	41	920000
		1,014	0,808	740	1610	4650	35	32,1	36	930000
		1,009	0,800	750	1650	4670	35	36,1	39	945000
	Mittel:	—	—	**790**	**1630**	**4670**	**35**	**34,2**	**39**	**931800**
C_β	Gepreßte und gezogene Stange (20 mm ⌀)	1,013	0,806	1610	3600	5220	69	21,8	37	965000
		1,014	0,808	1610	3530	5200	68	22,3	36	993000
		1,019	0,816	1590	3550	5220	68	21,1	37	982000
	Mittel:	—	—	**1600**	**3560**	**5210**	**68**	**21,7**	**37**	**980000**
C_l	Warm gewalztes Blech (20 mm)	1,011	0,803	1000	1620	4180	39	35,8	42	—
		1,010	0,801	1000	1650	4210	39	39,9	42	—
		1,009	0,800	1130	1690	4190	40	35,3	39	—
	Mittel:	—	—	**1040**	**1650**	**4190**	**39**	**37,0**	**41**	—
C_q	Warm gewalztes Blech (20 mm)	1,008	0,798	1000	1630	4160	39	39,9	42	—
		1,010	0,801	1000	1640	4120	40	38,9	42	—
		1,013	0,806	990	1540	4110	37	40,1	36	—
	Mittel:	—	—	**1000**	**1600**	**4130**	**39**	**39,6**	**40**	—

Tabelle 14. Zugversuche mit Material C nach dem Ausglühen bei 650° (Abb. 19b).

Material	Zustand des Materials	Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannung kg/cm² σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzenverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	Elastizitätsmodul $\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
C_α	Gepreßte Stange 2 St. bei 650° ausgeglüht	1,012	0,804	620	1380	4250	32	—	—	943000
		1,012	0,804	620	1470	4420	33	31,8	34	925000
		1,013	0,806	620	1450	4450	33	33,6	33	933000
	Mittel:	—	—	**620**	**1430**	**4370**	**33**	**32,6**	**34**	**933700**
C_β	Gepreßte und gezogene Stange 2 St. bei 650° ausgeglüht	1,005	0,793	880	1730	4640	37	30,3	33	1025000
		1,011	0,803	750	1410	4250	33	26,5	26	960000
		1,012	0,804	750	1630	4650	35	35,3	36	1008000
	Mittel:	—	—	**790**	**1590**	**4490**	**35**	**30,7**	**32**	**997700**
C_l	Warm gewalztes Blech 2 St. bei 650° ausgeglüht	1,007	0,796	880	1340	3940	34	42,6	38	—
		1,008	0,798	880	1420	4010	35	41,4	42	—
		1,010	0,801	870	1440	3930	37	41,8	39	—
	Mittel:	—	—	**880**	**1400**	**3960**	**35**	**41,9**	**40**	—
C_q	Warm gewalztes Blech 2 St. bei 650° ausgeglüht	1,011	0,803	870	1440	3920	37	36,3	36	—
		1,009	0,800	880	1410	3910	36	39,1	37	—
		1,011	0,803	870	1340	3890	34	40,1	40	—
	Mittel:	—	—	**870**	**1400**	**3910**	**36**	**38,5**	**38**	—

Digitized by Google

trächtliche Erhöhung auf, bei dem Querstreifen C_q ist sie etwa gleich hoch wie bei den nichtausgeglühten Proben.

c) Spannungsmessungen.

Zur Ermittlung der inneren Reckspannungen[1] der gepreßten und kaltgezogenen Stange C_β wurde ein Abschnitt von 22 cm Länge verwandt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 15 zusammengestellt und in Abb. 20 graphisch aufgetragen.

Tabelle 15. Spannungsmessungen (Abb. 20).
Material C_β (gepreßt und gezogen).
(Ursprüngliche Länge der Abdrehung $l = 17{,}07$ cm.)

Nr. der abgedrehten Schicht	Durchmesser des Stabes nach der $n$ten Abdrehung cm	Querschnitte: der abgedrehten Schicht f'_n cm²	Querschnitte: des übrigbleibenden Stabteiles f''_n cm²	Längenänderung des Stabes nach der $n$ten Abdrehung l_{n-l} cm	Spannung in der $n$ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in kg/cm²
0	1,99	0	3,110	—	—
1	1,60	1,099	2,011	0,01097	+1180
2	1,22	0,842	1,169	0,01674	— 175
3	0,818	0,643	0,526	0,02849	— 420
—	0	0,526	0	—	—1655

Die gezogene Stange weist nach Tabelle 15 und Abb. 20 in den Außenschichten starke Zugspannungen auf, die

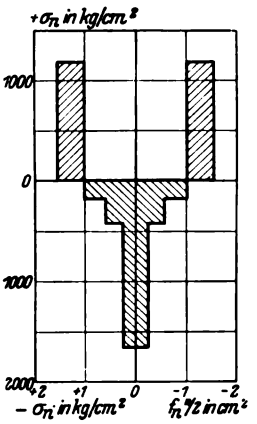


Abb. 20. Reckspannungen. Material $C\beta$, gezogen.

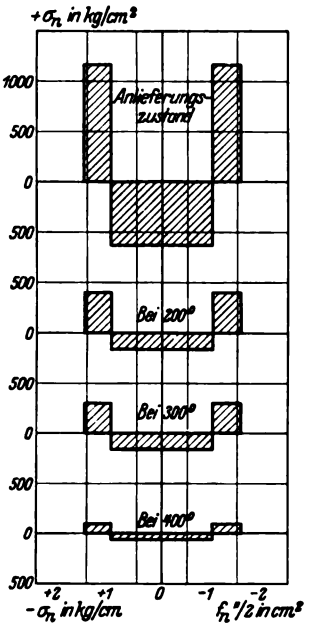


Abb. 21. Reckspannungen. Material $C\beta$, gezogen und bei verschiedenen Temperaturen angelassen.

Tabelle 16. Spannungsmessungen (Abb. 21).
Material C_β bei verschiedenen Temperaturen angelassen.

Nr. der abgedrehten Schicht	Material: C_β	Material: 2 Stunden angelassen bei C°	Ursprüngliche Länge der Abdrehung l in cm	Durchmesser des Stabs nach der $n$ten Abdrehung cm	Querschnitt: der abgedrehten Schicht f'_n cm²	Querschnitt: des übrigbleibenden Stabteiles f''_n cm²	Längenänderung des Stabes nach der $n$ten Abdrehung l_{n-l} cm	Spannung in der $n$ten Schicht des ursprünglichen Stabs σ_n in kg/cm²
0	Gepreßt und gezogen	Nicht		1,99	0	3,110	—	—
1		angelassen	17,07	1,60	1,099	2,011	0,01097	+1175
—				0	2,011	0	—	— 645
0				1,99	0	3,111	—	—
1		200°	16,98	1,61	1,075	2,036	0,00276	+ 410
—				0	2,036	0	—	— 165
0				1,99	0	3,111	—	—
1		300°	16,92	1,61	1,075	2,036	0,00273	+ 305
—				0	2,036	0	—	— 160
0				1,99	0	3,111	—	—
1		400°	16,94	1,61	1,075	2,036	0,00099	+ 110
—				0	2,036	0	—	— 60

über eine neutrale Faser in Druckspannungen übergehen.

Wie aus Tabelle 16 und Abb. 21 hervorgeht, werden die inneren Spannungen durch Anlassen bei steigenden Temperaturen allmählich aufgehoben.

Bereits nach dem Anlassen bei 200° ist die Zugspannung in der äußeren Schicht auf etwa ein Drittel der Anfangsspannung gesunken und bei 400° Anlaßhitze beträgt sie nur noch ein Zehntel des ursprünglichen Betrages.

d) Kerbschlagversuche.

Mit den Materialien C_α, C_β, C_l und C_q wurden Kerbschlagversuche im Anlieferungszustand und nach verschiedener Vorbehandlung durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 17 zusammengestellt und in Abb. 22 graphisch aufgetragen.

Das gepreßte und gezogene Material C_β weist geringere Schlagarbeit auf als das nur gepreßte C_α.

Ausglühen des gepreßten Materials C_α bei 650° mit nachfolgender langsamer Abkühlung im Ofen ergab die höchste Schlagfestigkeit, schon beim Abkühlen der bei 650° geglühten Proben an der Luft trat eine schwache Verringerung der Schlagfestigkeit ein, noch deutlicher war sie beim Abschrecken von 750° in Öl, am deutlichsten nach dem Abschrecken in Wasser. Das gleiche Verhalten zeigte das warmgewalzte Material C_l und C_q. Nach dem Ausglühen bei 650° und nach dem Abschrecken von 750° in Öl wiesen jedoch diese Proben höhere Schlagarbeiten auf als die entsprechenden Proben der gepreßten Stange C_α. Wesentliche Unterschiede zwischen den Proben aus Streifen C_l und C_q bestanden nicht.

[1] Über die Durchführung der Messungen siehe III. Teil (Anhang) S. 57.

Digitized by Google

Tabelle 17. Kerbschlagversuche mit Material C (Abb. 22).

Material	Zustand des Materials	Spezifische Schlagarbeit Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²
C_α	Nur gepreßt	4,07 3,19 3,83 4,24 3,23	3,71
	1. 2 St. bei 650° geglüht und langsam im Ofen abgekühlt	4,09 4,06 4,09	4,08
	2. 2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt	3,86 3,95 3,98	3,93
C_α	3. 2 St. bei 750° geglüht und in Öl abgeschreckt	3,70 3,96 3,43	3,70
C_α	4. 2 St. bei 750° geglüht und in Wasser abgeschreckt	2,76 2,72 2,90	2,79
C_β	Gepreßt und gezogen	2,35 2,64 3,69 3,34 3,63	3,13
C_l (Längsprobe)	Warm gewalzt	3,42 3,77 3,34	3,51
	1. 2 St. bei 650° geglüht und langsam im Ofen abgekühlt	5,26 4,94 4,87	5,02
	2. 2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt	4,98 4,64 4,29	4,64
	3. 2 St. bei 750° geglüht und im Öl abgeschreckt	4,02 4,03 4,19	4,08
	4. 2 St. bei 750° geglüht und in Wasser abgeschreckt	2,87 2,88 2,81	2,86
C_q (Querprobe)	Warm gewalzt	3,95 3,41 3,63	3,66
	1. 2 St. bei 650° geglüht und langsam im Ofen abgekühlt	4,88 5,33 4,67	4,96
	2. 2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt	4,85 4,47 4,87	4,73
	3. 2 St. bei 750° geglüht und in Öl abgeschreckt	4,02 3,85 4,07	3,98
	4. 2 St. bei 750° geglüht und im Wasser abgeschreckt	2,47 2,86 2,96	2,76

e) Kugeldruckversuche.

Die Bestimmungen der „Brinellhärte" des Materials C in verschiedenen Zuständen der Wärmebehandlung sind in Tabelle 18 zusammengestellt und in Abb. 23 graphisch aufgetragen.

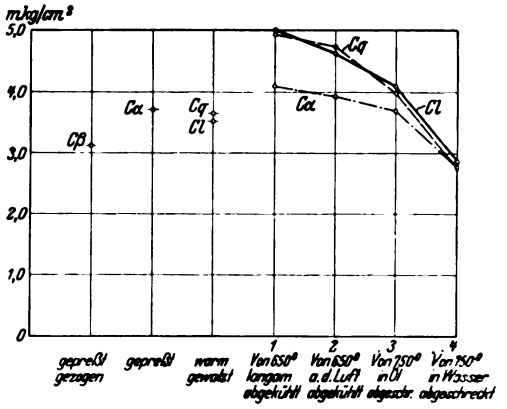


Abb. 22. Kerbschlagversuche mit Material C.

Aus Tabelle 18 und Abb. 23 geht folgendes hervor: Das gepreßte und gezogene Material C_β ist wesentlich härter als das nur gepreßte Material C_α, noch geringere Härte weisen die warmgewalzten Bleche C_l und C_q auf. Ausglühen bei 650° mit nachfolgender langsamer Abkühlung im Ofen ergab bei allen Materialien die größte Weichheit. Schon beim Abkühlen der bei 650° geglühten Probe an der Luft stieg die Härte wieder etwas an, noch deutlicher war der Anstieg beim Abschrecken von 750° in Öl und am deutlichsten beim Abschrecken in Wasser. Die hohe Härte des gezogenen Materials konnte

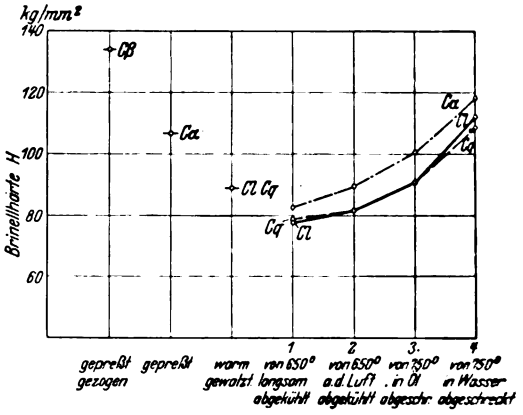


Abb. 23. Kugeldruckversuche mit Material C.

jedoch durch Abschrecken nicht erreicht werden. Die warmgewalzten Bleche C_l und C_q blieben in jedem Zustand der Wärmebehandlung in der Härte hinter dem Material C_α (gleiche Behandlung vorausgesetzt) zurück.

Wesentliche Unterschiede zwischen C_l und C_q bestanden nicht.

Material D.

1. Probematerial.

Für die Untersuchung stand folgendes Probenmaterial zur Verfügung:

1a. Zwei Stangen 21 mm Ø, gepreßt.

1b. „ „ 16 „ Ø, „

Digitized by Google

Tabelle 18. Bestimmungen der Härte (Brinellhärte) von Material C (Abb. 23).

Material	Zustand des Materials	Brinellhärte H Einzelwerte kg/mm²	Brinellhärte H Mittel kg/mm²
C_α	Nur gepreßt	102,7 104,9 100,4 105,0 102,0	103,0
C_α	1. 2 St. bei 650° geglüht und langsam im Ofen abgekühlt	81,1 84,0 82,7	82,6
C_α	2. 2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt	88,3 91,2 89,2	89,6
C_α	3. 2 St. bei 750° geglüht und in Öl abgeschreckt	100,0 101,2 100,3	100,5
C_α	4. 2 St. bei 750° geglüht und in Wasser abgeschreckt	112,1 120,9 122,9	118,6
C_β	Gepreßt und gezogen	136,6 138,1 131,8 132,9 132,7	134,4
C_l	Warm gewalzt	90,9 89,5 86,7	88,7
C_l	1. 2 St. bei 650° geglüht und langsam im Ofen abgekühlt	75,3 76,3 81,3	77,8
C_l	2. 2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt	81,0 83,1 80,6	81,6
C_l	3. 2 St. bei 750° geglüht und in Öl abgeschreckt	91,8 89,8 90,6	90,7
C_l	4. 2 St. bei 750° geglüht und in Wasser abgeschreckt	115,6 113,0 108,5	112,4
C_q	Warm gewalzt	90,7 88,2 87,8	88,9
C_q	1. 2 St. bei 650° geglüht und langsam im Ofen abgekühlt	78,1 77,2 79,7	78,3
C_q	2. 2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt	80,6 82,7 81,8	81,7
C_q	3. 2 St. bei 750° geglüht und in Öl abgeschreckt	92,5 89,2 90,7	90,8
C_q	4. 2 St. bei 750° geglüht und in Wasser abgeschreckt	108,0 108,5 110,0	108,8

2a. Zwei Stangen (gepreßt) von 21 auf 20 mm ⌀ gezogen.

2b. Zwei Stangen (gepreßt) von 16 auf 15 mm ⌀ gezogen.

3a. Zwei Stangen (gepreßt) von 21 auf 20 mm ⌀ gezogen und abgerollt[1].

[1] Unter „Abrollen" ist der gleiche Vorgang verstanden, wie er auf Seite 3, Fußanmerkung 1 unter „Richten" kurz beschrieben ist.

3b. Zwei Stangen (gepreßt) von 16 auf 15 mm ⌀ gezogen und abgerollt[1].

Die Länge der Stangen betrug in allen Fällen etwa 3 m. Zu obigem Probenmaterial wurden noch folgende Angaben gemacht:

Chemische Zusammensetzung.

	Cu %	Zn %	Pb %	Fe %
Material mit 21 mm ⌀ . .	57,43	40,43	1,98	0,14
„ „ 16 „ ⌀ . .	57,44	40,58	1,93	0,05

Angabe über die Herstellung.

	Verhältnis von Gußbarrendurchmesser (mm) zum Preßstangendurchmesser (mm)	Preßdruck Atm.	Preßgeschwindigkeit m/sek.
Material mit 21 mm ⌀	135/21 = 6,43	160	0,89
„ „ 16 „ ⌀	135/16 = 8,45	170	1,10

Die Preßtemperatur war 730 bis 750°.

Gezogene Stangen.

	Streckzahl: Anfangsquerschnitt in mm² / Endquerschnitt in mm²	Anzahl der Ziehstufen	Anzahl der Zwischenglühungen
Material mit 20 mm ⌀	441/400 = 1,10	1	0
„ „ 15 „ ⌀	226/225 = 1,18	1	0

Abgerollte Stangen: 3a und 3b.

$$\text{Größe der Anschwellung} = \frac{\text{Anfangsquerschnitt in mm}^2}{\text{Endquerschnitt in mm}^2}$$

$$\text{für Material mit 20 mm ⌀} = \frac{\frac{\pi}{4}\cdot 20^2}{\frac{\pi}{4}\cdot 20{,}036^2} = 0{,}994,$$

$$\text{für Material mit 15 mm ⌀} = \frac{\frac{\pi}{4}\cdot 15^2}{\frac{\pi}{4}\cdot 15{,}030^2} = 0{,}996.$$

12 602 $v = 100$

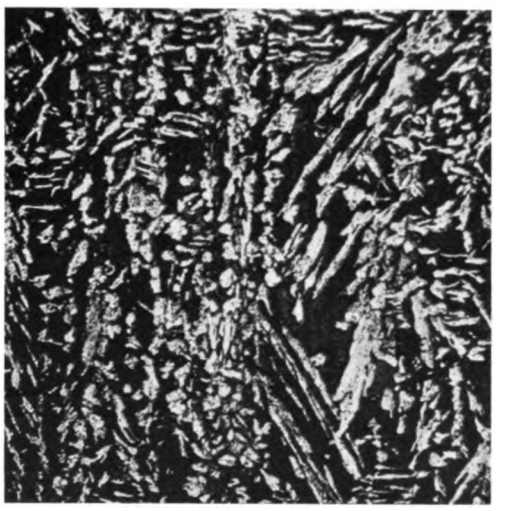


Abb. 24. Material D, Nr. 1a, gepreßt.

2. Untersuchung (Material D).

a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge.

Material D (Preßstange 1a) beginnt bei 881° zu erstarren, die $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlung geht bei 450° vor sich.

[1] Siehe nebenstehende Fußnote.

Digitized by Google

Das Kleingefüge unterscheidet sich nicht wesentlich von dem Gefüge der anderen Messingsorten in den gleichen Zuständen der Vorbehandlung.

Abb. 24 ($v = 100$) entspricht dem Gefüge der gepreßten Stange Nr. 1a. Die nadligen α-Kristalliten sind in der Preßrichtung (Pfeil in Abb. 24) nur schwach gestreckt. Etwas deutlicher tritt diese Streckung in dem gezogenen Material auf. Abb. 25 ($v = 100$) entspricht dem Gefüge der abgerollten Stange Nr. 3a. Durch die Stauchung beim Abrollen[1] erscheinen die α-Kristalliten mehr gedrückt, zum Teil sogar quer zur Längsrichtung der Stange verlagert. Abb. 26 ($v = 100$) entspricht dem Gefüge des Materials Nr. 1a nach dem Abschrecken von 750°. Das Gefüge besteht aus einheitlichen β-Kristalliten, die in der Längsrichtung der Stange orientiert sind.

12603 $v = 100$

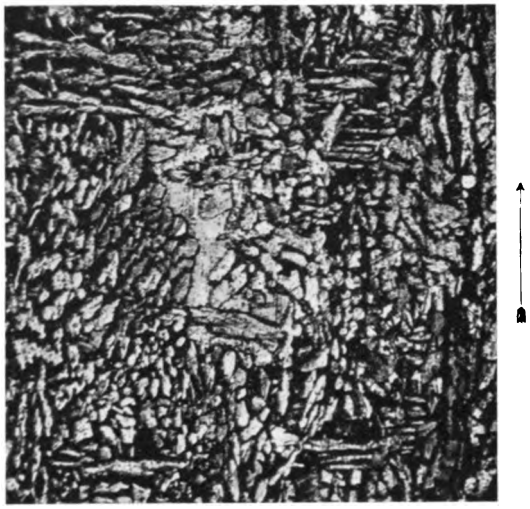


Abb. 25. Material D, Nr. 3a, gepreßt, gezogen und abgerollt.

12627 $v = 100$

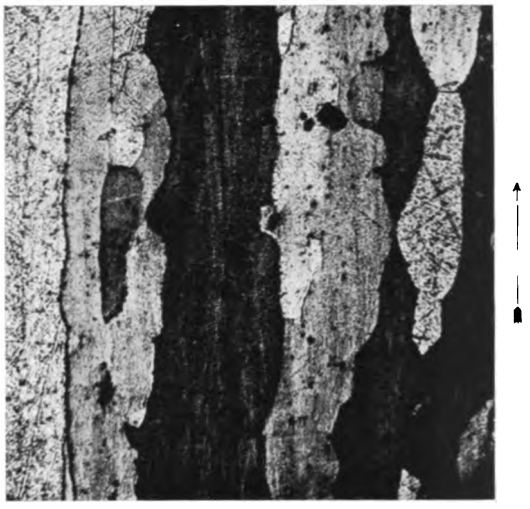


Abb. 26. Material D, Nr. 1a, von 750° abgeschreckt.

Tabelle 19. Anlieferungszustand.

Material	Zustand des Materials	Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannung kg/cm² σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzenverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	Elastizitätsmodul $\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
D Anlieferungszustand	1a gepreßt (21 mm ⌀)	1,007	0,796	879	1480	4590	32	29,7	29	—
		1,011	0,803	872	1440	4610	31	34,1	36	—
		1,011	0,803	872	1430	4580	31	34,5	37	—
	Mittel:	—	—	**874**	**1450**	**4590**	**31**	**32,8**	**34**	—
	2a gezogen (20 mm ⌀)	1,012	0,804	2110	3680	5100	72	20,8	26	—
		1,013	0,806	2230	3660	5060	72	18,8	26	—
		1,007	0,796	1880	3670	5060	73	20,6	22	1022000
	Mittel:	—	—	**2070**	**3670**	**5070**	**72**	**20,1**	**25**	—
	3a abgerollt (20 mm ⌀)	1,008	0,798	1380	3540	5110	69	21,4	29	—
		1,010	0,801	1250	3470	4990	70	17,8	22	—
		1,010	0,801	1370	3510	5090	69	18,8	27	—
	Mittel:	—	—	**1330**	**3510**	**5060**	**69**	**19,3**	**26**	—
	1b gepreßt (16 mm ⌀)	1,017	0,812	862	1490	4390	34	20,8	23	1035000
		1,019	0,816	858	1450	4530	32	30,2	32	1012000
		1,020	0,817	734	1420	4350	33	21,9	27	—
	Mittel:	—	—	**818**	**1450**	**4420**	**33**	**24,3**	**27**	**1023500**
	2b gezogen (15 mm ⌀)	1,017	0,812	2220	3970	5150	77	12,7	18	—
		1,021	0,819	2080	3970	5160	77	13,1	19	—
		1,023	0,822	2190	3990	5050	79	—	14	—
	Mittel:	—	—	**2160**	**3980**	**5120**	**78**	**12,9**	**17**	—
	3b abgerollt (15 mm ⌀)	1,017	0,812	1600	3890	5100	76	9,1	15	1038000
		1,017	0,812	1720	3920	5280	74	14,1	22	1035000
		1,021	0,819	1830	3850	5140	75	9,3	15	—
	Mittel:	—	—	**1720**	**3890**	**5170**	**75**	**10,8**	**17**	**1036500**

[1] Siehe Fußanmerkung 1 Seite 3.

Digitized by Google

Tabelle 20. 2 Stunden bei 650° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt.

Material	Zustand des Materials	Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannung kg/cm²: σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzenverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	Elastizitätsmodul $\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
D 2 Stunden bei 650° ausgeglüht	1a gepreßt, ausgeglüht (21 mm ⌀)	1,008	0,798	501	1150	4200	27	33,4	27	—
		1,009	0,800	625	1440	4250	34	34,0	34	—
		1,011	0,803	498	1410	4140	34	26,5	24	—
	Mittel:	—	—	**541**	**1330**	**4200**	**32**	**31,3**	**28**	—
	2a gezogen, ausgeglüht (20 mm ⌀)	1,007	0,796	503	1260	4330	29	28,5	29	—
		1,007	0,796	628	1280	4370	29	30,0	27	—
		1,009	0,800	625	1250	4310	29	28,5	26	948000
	Mittel:	—	—	**585**	**1260**	**4340**	**29**	**29,0**	**27**	—
	3a abgerollt, ausgeglüht (20 mm ⌀)	1,005	0,793	630	1270	4410	29	29,8	30	—
		1,010	0,801	499	1270	4400	29	30,9	29	—
		1,005	0,793	504	1260	4380	29	31,0	30	—
	Mittel:	—	—	**544**	**1270**	**4400**	**29**	**30,6**	**30**	—
	1b gepreßt, ausgeglüht (15 mm ⌀)	1,017	0,812	739	1330	4490	30	31,8	37	1028000
		1,018	0,814	737	1340	4420	30	27,4	29	1022000
		1,014	0,807	743	1310	4360	30	26,0	25	—
	Mittel:	—	—	**740**	**1330**	**4420**	**30**	**28,4**	**30**	**1025000**
	2b gezogen, ausgeglüht (15 mm ⌀)	1,021	0,819	611	1260	4300	29	26,8	29	—
		1,019	0,816	490	1260	4300	29	26,0	25	—
		1,080	0,916	437	1040	3530	29	24,3	38	—
	Mittel:	—	—	**513**	**1190**	**4040**	**29**	**25,7**	**31**	—
	3b abgerollt, ausgeglüht (15 mm ⌀)	1,016	0,811	617	1330	4450	30	26,0	23	1068000
		1,019	0,816	613	1350	4280	32	19,2	24	1048000
		1,021	0,819	610	1330	4460	30	26,3	27	—
	Mittel:	—	—	**613**	**1340**	**4400**	**31**	**23,8**	**25**	**1058000**

b) Zugversuche.

In Tabelle 19 sind die Ergebnisse der Zugversuche des Materials D im Zustand der Einlieferung ins Amt zusammengestellt.

In Abb. 27a sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt. Bemerkenswert ist, daß schon verhältnismäßig kleine Unterschiede im Durchmesser (21 mm und 16 mm) beim Warmpressen recht beträchtliche Unterschiede in den Festigkeitseigenschaften bedingen.

Die Stange 1a (21 mm ⌀) weist im gepreßten Zustand bei nahezu gleicher Festigkeit, Streckgrenze und Proportionalitätsgrenze erheblich höhere Dehnung und Querschnittsverminderung auf als Stange 1b (16 mm ⌀).

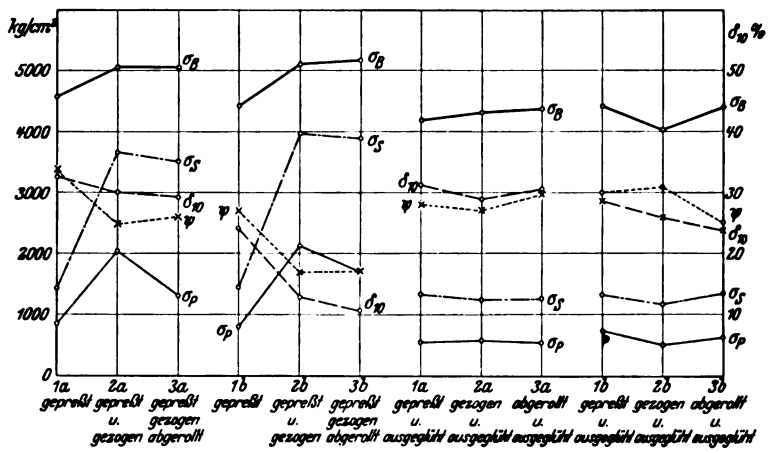


Abb. 27a. Anlieferungszustand. Abb. 27b. Ausgeglüht.

Abb. 27a und b. Zugversuche mit Material D.

Durch das Kaltziehen ist die Festigkeit in beiden Fällen nahezu gleich stark gestiegen, die Streckgrenze bei Stange 2b (15 mm ⌀) jedoch in höherem Maße als bei Stange 2a (20 mm ⌀), so daß das Verhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$ für die Stange mit 15 mm ⌀ einen höheren Wert ergibt als für die Stange mit 20 mm ⌀. Dehnung und Querschnittsverminderung sind bei dem gezogenen Material 2b (15 mm ⌀) beträchtlich niedriger als bei dem gezogenen Material 2a (20 mm ⌀). Durch das Abrollen hat sich lediglich die Proportionalitätsgrenze σ_P bei beiden Materialien 3a und 3b deutlich gesenkt. Jedenfalls zeigen die Versuche, daß bei gepreßten und gezogenen Stangen die Festigkeitseigenschaften durch den Querschnitt der Stangen wesentlich beeinflußt werden.

In Tabelle 20 sind die Ergebnisse der Festigkeitsversuche mit dem gleichen Stangenmaterial nach vorausgegangenem zweistündigem Glühen bei 650° mit nachfolgender Abkühlung an der Luft zusammengestellt und in Abb. 27b graphisch aufgetragen.

Digitized by Google

Durch das Ausglühen erfuhren die Festigkeitseigenschaften die üblichen Änderungen; es war jedoch auf-

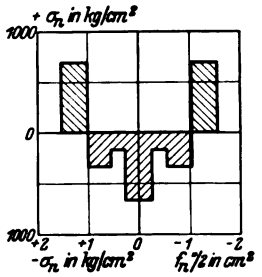


Abb. 28. Reckspannungen. Material: D 2a, gezogen.

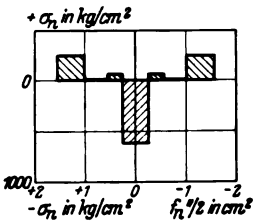


Abb. 29. Reckspannungen. Material: D 3a, gezogen und abgerollt.

fallend, daß das Stangenmaterial von 16 bzw. 15 mm ⌀ (1b, 2b und 3b) im allgemeinen größere Schwankungen in den Festigkeitswerten aufwies als das Material mit 21 bzw. 20 mm Durchmesser (1a, 2a, 3a).

c) Spannungsmessungen.

Zur Ermittlung der Reckspannungen im kaltgezogenen und im abgerollten Material (2a und 3a) wurden Abschnitte von 22 cm Länge verwandt.

Die Ergebnisse sind in den Tabellen 21 und 22 zusammengestellt und in den Abb. 28 und 29 graphisch aufgetragen.

Nach Tabelle 21 und Abb. 28 sind die Reckspannungen in gezogenem Material D 2a bei weitem nicht so hoch wie z. B. in den Materialien A und C. Durch das Abrollen ist die Zugspannung in den äußeren Schichten noch weiter vermindert worden.

Tabelle 21. Spannungsmessungen (Abb. 28).
Material D 2a (gepreßt und gezogen). (Ursprüngliche Länge der Abdrehung $l = 17{,}10$ cm.)

Nr. der abgedrehten Schicht	Material	Durchmesser des Stabes nach der n ten Abdrehung cm	Querschnitt: der abgedrehten Schicht f'_n in cm²	Querschnitt: des übrigbleibenden Stabteils f''_n cm²	Längenänderung des Stabes nach der n ten Abdrehung $l_n - l$ in cm	Spannung in der n ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in kg/cm²
0		1,98	0	3,079	—	—
1	D	1,60	1,068	2,011	0,00635	+700
2	gezogen	1,20	0,880	1,131	0,00675	—340
3	2a	0,816	0,608	0,523	0,01133	—165
—		0	0,523	0	—	—665

Tabelle 22. Spannungsmessungen (Abb. 29).
Material D 3a (gezogen und abgerollt). (Ursprüngliche Länge der Abdrehung $l = 17{,}03$ cm.)

Nr. der abgedrehten Schicht	Material	Durchmesser des Stabes nach der n ten Abdrehung cm	Querschnitt: der abgedrehten Schicht f'_n in cm²	Querschnitt: des übrigbleibenden Stabteils f''_n cm²	Längenänderung des Stabes nach der n ten Abdrehung $l_n - l$ in cm	Spannung in der n ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in kg/cm²
0	D	1,99	0	3,110	—	—
1	gezogen	1,60	1,099	2,011	0,00231	+250
2	und ab-	1,21	0,861	1,150	0,00414	+ 10
3	gerollt	0,816	0,627	0,523	0,01039	+ 65
—	3a	0	0,523	0	—	—610

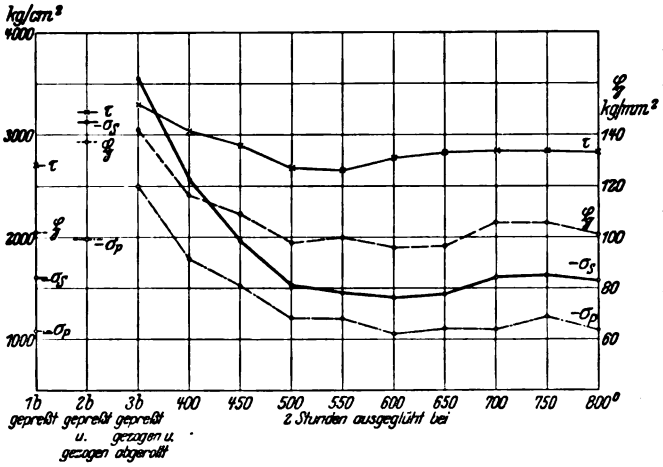


Abb. 30. Druckversuche, Scherversuche und Brinellhärte, Material D.

d) Druckversuche.

Für die Druckversuche wurde das Stangenmaterial mit 16 mm ⌀ 1b (gepreßt), 2b (gezogen) und 3b (abgerollt) verwandt. Die Probekörper wurden dabei auf zwei Drittel ihrer ursprünglichen Höhe zusammengedrückt[1].

In Tabelle 23 sind die Ergebnisse zusammengestellt und in Abb. 30 graphisch aufgetragen.

Wie zu erwarten, werden P-Grenze und Quetschgrenze durch das Ziehen und Abrollen gehoben und durch Ausglühen bei steigenden Temperaturen allmählich wieder herabgedrückt. Bei etwa 600° Glühtemperatur ist für beide Werte der Mindestwert erreicht; alsdann beginnen die Werte wieder schwach anzusteigen, bei 700° entsprechen die Werte den für das gepreßte Material (1b) gefundenen, und bei 800° tritt wiederum ein schwacher Abfall ein.

e) Scherversuche.

Für die Scherversuche wurde das gleiche Probenmaterial verwandt wie für die Druckversuche, auch die

[1] Nähere Angaben über die Durchführung der Druckversuche siehe III. Teil (Anhang), Seite 56.

Digitized by Google

Tabelle 23. Druckversuche mit Material D (Abb. 30).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials		Abmessungen: Höhe h cm	Durchmesser d cm	Druckfläche f cm²	Festigkeit Spannung in kg/mm²: Höchstlast $-\sigma_B$	P-Grenze $-\sigma_P$	Quetschgrenze $-\sigma_S$
1b gepreßt	Anlieferungszustand		1,514	1,504	1,777	11030	1130	1600
			1,513	1,507	1,784	10930	1050	1620
						Mittel:	**1090**	**1610**
2b gepreßt und gezogen			1,516	1,496	1,758	11660	1990	3200
			1,516	1,495	1,755	11380	1990	3050
						Mittel:	**1990**	**3130**
3b gepreßt, gezogen u. abgerollt			1,516	1,498	1,762	11880	2500	3520
			1,516	1,499	1,762	11800	2500	3580
						Mittel:	**2500**	**3550**
3b gepreßt, gezogen und abgerollt	2 St. bei nebenstehenden Temperaturen geglüht und an der Luft abgekühlt	400°	1,516	1,498	1,762	11950	1700	2550
			1,516	1,498	1,762	11860	1850	2570
						Mittel:	**1780**	**2560**
		450°	1,515	1,499	1,765	11390	1400	1950
			1,515	1,500	1,765	11380	1650	1990
						Mittel:	**1530**	**1970**
		500°	1,516	1,500	1,767	10470	1200	1530
			1,515	1,500	1,767	11090	1240	1520
						Mittel:	**1220**	**1530**
		550°	1,516	1,500	1,767	10920	1230	1470
			1,516	1,500	1,767	10980	1180	1470
						Mittel:	**1210**	**1470**
		600°	1,516	1,500	1,767	10980	1070	1400
			1,516	1,500	1,767	10870	1050	1430
						Mittel:	**1060**	**1420**
		650°	1,516	1,498	1,762	11120	1110	1450
			1,515	1,499	1,765	11160	1130	1440
						Mittel:	**1120**	**1450**
		700°	1,515	1,499	1,765	11670	1040	1600
			1,515	1,499	1,765	11330	1180	1620
						Mittel:	**1110**	**1610**
		750°	1,516	1,499	1,765	11270	1200	1620
			1,515	1,500	1,767	11260	1250	1630
						Mittel:	**1230**	**1630**
		800°	1,514	1,498	1,762	11410	1140	1580
			1,516	1,497	1,760	11480	1060	1570
						Mittel:	**1100**	**1580**

Wärmebehandlung der Proben war die gleiche[1]. Die Ergebnisse sind in Tabelle 24 zusammengestellt und ebenfalls in Abb. 30 graphisch aufgetragen.

Die Kurve für die Scherfestigkeit verläuft ganz ähnlich (nur beträchtlich flacher) wie die Kurven der P-Grenze und Quetschgrenze beim Druckversuch (siehe Abb. 30).

f) Schlagversuche[1].

Auch für die Schlagversuche gelangte das gleiche Probenmaterial wie für die Druck- und Scherversuche zur Verwendung. Die Wärmebehandlung war ebenfalls die gleiche.

In Tabelle 25 sind die Ergebnisse zusammengestellt und in Abb. 31 aufgetragen.

Die prozentuale Höhenverminderung ist naturgemäß am geringsten bei den gezogenen und abgerollten Proben 2b und 3b. Durch Ausglühen des abgerollten Materials bei 500° wurde die größte prozentuale Höhenabnahme erzielt; die höheren Glühgrade bewirkten einen schwachen Abfall der prozentualen Höhenverminderung.

[1] Über die Durchführung der Versuche siehe III. Teil (Anhang), Seite 56.

Digitized by Google

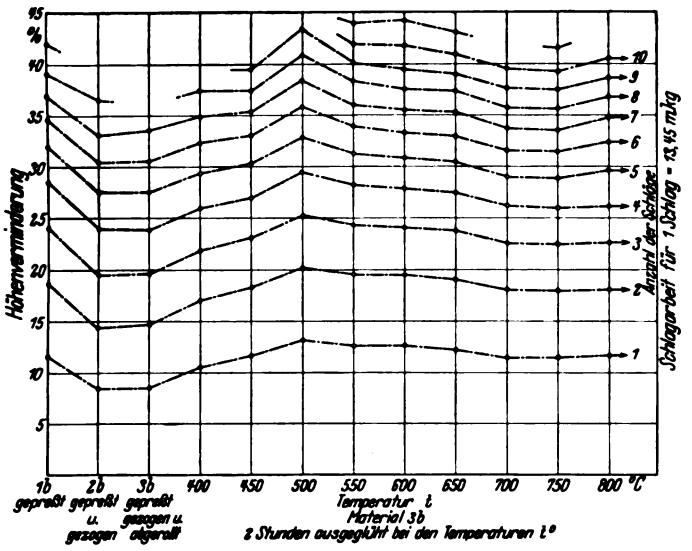


Abb. 31. Schlagversuche mit Material D.

g) Kugeldruckversuche (Brinellhärte).

Auch für die Kugeldruckversuche wurde das gleiche Probenmaterial wie für die Druck-, Scher- und Schlagversuche verwandt.

Die Wärmebehandlung der Proben war ebenfalls die gleiche. Der Kugeldurchmesser betrug 2,5 mm, die Belastung $P = 62{,}5$ kg und die Belastungsdauer 30 Sek.

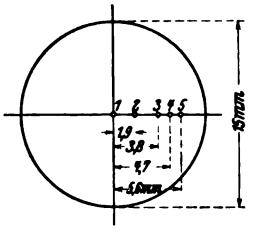


Abb. 32. Lage der Kugeleindrücke.

Die Eindrücke wurden nach Abb. 32 in verschiedenen Abständen von der Mitte der Probe ausgeführt. Es zeigte sich jedoch, daß die Härteunterschiede innerhalb der Querschnitte der 16- bzw. 15-mm-Stangen 1b, 2b, 3b nur unwesentlich waren. In Tabelle 26 sind die Einzelwerte angegeben und aus ihnen die Mittelwerte gebildet worden. Die Mittelwerte sind in Abb. 30 graphisch aufgetragen. Der allgemeine Verlauf der Härtekurve ist der gleiche wie bei den Druck-, Scher- und Schlagversuchen.

h) Wechselschlagversuche.

Zur Verwendung gelangte ein Wechselschlagwerk Bauart Krupp. Das Gewicht des Hammerbärs betrug 4,19 kg bei 30 mm Fallhöhe. Die Schläge erfolgten abwechselnd auf zwei gegenüberliegende Seiten des Probestabes[1].

Zur Verwendung gelangten Material 1b gepreßt, 2b gepreßt und gezogen und 3b gepreßt, gezogen und gerichtet. Die Abschnitte aus Material 1b wurden von

[1] Näheres über die Durchführung der Wechselschlagversuche, sowie über die Abmessungen der Probestäbe usw. siehe III. Teil (Anhang) Seite 57.

Tabelle 24. Scherversuche mit Material D (Abb. 30).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials		Abmessungen: Durchmesser d cm	Abmessungen: Scherfläche $2f$ cm²	Festigkeit Scherspannung τ kg/cm²
1b gepreßt	Anlieferungszustand		1,487	3,474	2700
			1,444	3,506	2740
				Mittel:	**2720**
2b gepreßt und gezogen			1,495	3,510	3220
			1,495	3,510	3260
				Mittel:	**3240**
3b gepreßt, gezogen, abgerollt			1,495	3,510	3290
			1,496	3,514	3300
				Mittel:	**3300**
3b gepreßt, gezogen und abgerollt	2 St. bei nebenstehenden Temperaturen geglüht und an der Luft abgekühlt	400°	1,496	3,514	3040
			1,496	3,514	3040
				Mittel:	**3040**
		450°	1,495	3,510	2900
			1,495	3,510	2900
				Mittel:	**2900**
		500°	1,496	3,514	2690
			1,496	3,514	2680
				Mittel:	**2690**
		550°	1,496	3,514	2670
			1,496	3,514	2670
				Mittel:	**2670**
		600°	1,495	3,510	2730
			1,493	3,502	2820
				Mittel:	**2780**
		650°	1,493	3,502	2850
			1,495	3,510	2810
				Mittel:	**2830**
		700°	1,494	3,506	2820
			1,496	3,514	2850
				Mittel:	**2840**
		750°	1,495	3,510	2870
			1,495	3,510	2810
				Mittel:	**2840**
		800°	1,496	3,514	2830
			1,494	3,506	2820
				Mittel:	**2830**

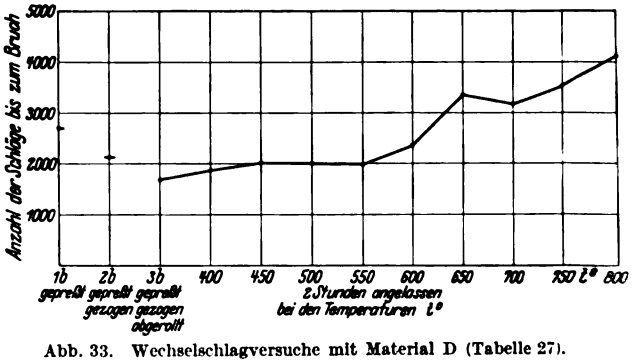


Abb. 33. Wechselschlagversuche mit Material D (Tabelle 27).

16 auf 15 mm abgedreht, die Abschnitte aus Material 2b und 3b wurden nicht abgedreht, da ihr Durchmesser

Digitized by Google

Tabelle 25. Schlagversuche mit Material D (Abb. 31).

Bärgewicht: 31,11 kg. Fallhöhe: 43,23 cm. Schlagarbeit für 1 Schlag: 13,45 mkg = 5 mkg/cm³.

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials		Abmessungen: Höhe h cm	Abmessungen: Durchmesser d cm	Höhenverminderung in % nach den übergeschriebenen Schlägen: 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Zum Bruch erforderlich: n = Zahl der Schläge	Spezifische Schlagarbeit in mkg/cm³ für n Schläge
1b gepreßt	Anlieferungszustand		1,514	1,499	10,9	17,8	23,3	27,8	31,4	34,3	37,0	39,4	42,3	—	—	—	9	45[1]
			1,516	1,490	12,3	19,6	24,9	29,2	32,5	34,9	36,7	38,9	41,4	—	—	—	9	45[2]
				Mittel:	11,6	18,7	24,1	28,5	32,0	34,6	36,9	39,2	41,9	—	—	—		
2b gepreßt, gezogen			1,516	1,496	8,2	13,6	19,3	23,5	27,0	30,0	33,2	36,3	—	—	—	—	8	40
			1,516	1,496	8,6	15,0	20,0	24,2	27,9	30,9	33,8	36,8	—	—	—	—	8	40
				Mittel:	8,4	14,3	19,7	23,9	27,5	30,5	33,2	36,6	—	—	—	—		
3b gepreßt, gezogen, abgerollt			1,516	1,498	8,5	14,9	19,9	24,0	27,6	30,7	33,7	37,8	—	—	—	—	8	40
			1,516	1,499	8,5	14,6	19,6	23,7	27,4	30,7	33,5	—	—	—	—	—	7	35
				Mittel:	8,5	14,8	19,8	23,9	27,5	30,7	33,6	—	—	—	—	—		
3b gepreßt, gezogen und abgerollt	2 Std. bei nebenstehenden Temperaturen geglüht und an der Luft abgekühlt	400°	1,516	1,498	10,5	17,0	22,0	26,1	29,4	32,4	35,0	37,0	—	—	—	—	8	40
			1,515	1,498	10,4	16,8	21,7	25,9	29,4	32,3	34,9	37,4	—	—	—	—	8	40
				Mittel:	10,5	16,9	21,9	26,0	29,4	32,4	35,0	37,4	—	—	—	—		
		450°	1,515	1,499	11,7	18,4	23,4	27,1	30,5	33,5	35,8	37,7	39,7	—	—	—	9	45
			1,515	1,499	11,4	18,2	23,0	26,9	30,0	32,6	35,0	37,1	39,1	41,3	44,2	—	11	55
				Mittel:	11,6	18,3	23,2	27,0	30,3	33,1	35,4	37,4	39,4	—	—	—		
		500°	1,516	1,500	13,2	20,2	25,5	29,7	33,2	36,1	38,7	41,2	43,9	—	—	—	9	45
			1,515	1,500	13,1	20,1	25,1	29,3	32,7	35,7	38,1	40,5	42,8	—	—	—	9	45
				Mittel:	13,2	20,2	25,3	29,5	33,0	35,9	38,4	40,9	43,4	—	—	—		
		550°	1,515	1,499	13,0	19,9	24,8	28,8	31,9	34,8	37,0	39,0	40,9	42,7	45,0	—	11	55
			1,516	1,497	12,3	19,3	23,9	27,7	30,7	33,2	35,4	37,5	39,4	41,2	42,9	45,1	12	60
				Mittel:	12,7	19,6	24,4	28,3	31,3	34,0	36,2	38,3	40,2	42,0	44,0	—		
		600°	1,516	1,499	12,8	19,5	24,2	27,9	30,8	33,2	35,6	37,5	39,4	41,3	43,5	—	11	55
			1,516	1,499	12,5	19,6	24,1	27,8	30,9	33,4	35,8	37,7	39,8	42,2	45,1	—	11	55
				Mittel:	12,7	19,6	24,2	27,9	30,9	33,3	35,7	37,6	39,6	41,8	44,3	—		
		650°	1,515	1,499	12,3	19,1	23,9	27,5	30,6	33,2	35,4	37,4	39,1	40,9	43,0	—	11	55
			1,516	1,499	12,1	19,1	23,9	27,5	30,5	33,0	35,4	37,3	39,2	41,2	43,4	—	11	55
				Mittel:	12,2	19,1	23,9	27,5	30,6	33,1	35,4	37,4	39,2	41,1	43,2	—		
		700°	1,515	1,499	11,3	18,2	22,6	26,1	29,0	31,4	33,5	35,6	37,5	39,5	—	—	10	50
			1,516	1,500	11,5	18,1	22,7	26,4	29,3	31,9	34,0	35,9	37,9	39,8	—	—	10	50
				Mittel:	11,4	18,2	22,7	26,3	29,2	31,7	33,8	35,8	37,7	39,7	—	—		
		750°	1,516	1,499	11,5	17,9	22,5	25,9	28,9	31,4	33,6	35,6	37,5	39,2	41,2	—	11	55
			1,515	1,500	11,4	18,0	22,5	26,0	28,9	31,6	33,8	35,8	37,6	39,4	41,9	—	11	55
				Mittel:	11,5	18,0	22,5	26,0	28,9	31,5	33,7	35,7	37,6	39,4	41,6	—		
		800°	1,515	1,498	11,9	18,3	22,7	26,3	29,3	31,7	33,9	35,8	37,6	39,3	41,0	43,0	12	60
			1,516	1,497	11,5	18,0	22,6	26,3	30,1	33,1	35,8	37,9	39,8	41,8	—	—	10	50
				Mittel:	11,7	18,2	22,7	26,3	29,7	32,4	34,9	36,9	38,7	40,6	—	—		

bereits 15 mm betrug. In Tabelle 27 sind die Ergebnisse der Kerbschlagversuche zusammengestellt und in Abb. 33 graphisch aufgetragen.

Aus Tabelle 27 und Abb. 33 geht hervor, daß durch das Abrollen die Wechselschlagfestigkeit wesentlich heruntergedrückt wird. Anlaßtemperaturen zwischen 400 und 550° bedingten nur eine geringe Steigerung, erst von 600° ab stieg die Anzahl der Schläge bis zum Bruch deutlich an und erreichte nach dem Ausglühen bei 800° den Höchstwert.

i) Kerbschlagversuche.

Schließlich wurden noch mit Material D 1a bis 3a und 1b bis 3b Kerbschlagversuche durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 28 zusammengestellt und in Abb. 34 graphisch aufgetragen.

Aus Tabelle 28 und Abb. 34 geht folgendes hervor:

1. Die Werte für die Schlagfestigkeit liegen bei Stangenmaterial von kleinem Durchmesser (16 mm ∅) im allgemeinen höher als bei dem Stangenmaterial mit

[1] Bei diesem Versuch war die Fallhöhe 43,07 cm, die Schlagarbeit für 1 Schlag somit 13,4 mkg.

[2] Bei diesem Versuch war die Fallhöhe 42,43 cm, die Schlagarbeit für 1 Schlag somit 13,2 mkg.

Digitized by Google

Tabelle 26. Kugeldruckversuche (Brinellhärte) mit Material D (Abb. 30).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials		Eindruck Nr.	Kugeldruckhärte $= \frac{P}{0}$ Einzelwerte kg/mm²	Mittel kg/mm²
1b gepreßt	Anlieferungszustand		1	100	
			2	100	
			3	104	**102**
			4	102	
			5	104	
2b gepreßt, gezogen			1	139	
			2	135	
			3	141	**138**
			4	134	
			5	138	
3b gepreßt, gezogen und abgerollt			1	142	
			2	143	
			3	142	**142**
			4	141	
			5	141	
3b gepreßt, gezogen und abgerollt	2 St. bei den nebenstehenden Temperaturen geglüht und an der Luft abgekühlt	400°	1	121	
			2	117	
			3	118	**117**
			4	115	
			5	117	
		450°	1	110	
			2	110	
			3	109	**109**
			4	109	
			5	109	
		500°	1	96	
			2	103	
			3	106	**98**
			4	97	
			5	94	
		550°	1	98	
			2	96	
			3	106	**100**
			4	101	
			5	99	
		600°	1	95	
			2	96	
			3	98	**96**
			4	93	
			5	96	
		650°	1	100	
			2	99	
			3	97	**97**
			4	96	
			5	96	
		700°	1	106	
			2	111	
			3	107	**106**
			4	103	
			5	104	
		750°	1	103	
			2	109	
			3	106	**106**
			4	109	
			5	105	
		800°	1	102	
			2	102	
			3	99	**101**
			4	101	
			5	101	

Tabelle 27. Wechselschlagversuche mit Material D (Abb. 33) (Wechselschlagwerk Bauart Krupp).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials		Zahl der Schläge bis zum Bruch Einzelwerte	Mittel
1b gepreßt	Anlieferungszustand		2593 2831	**2712**
2b gepreßt, gezogen			1974 2326	**2150**
3b gepreßt, abgerollt			1289 2121	**1705**
3b gepreßt und abgerollt	2 St. bei den nebenstehenden Temperaturen geglüht und an der Luft abgekühlt	400°	1527 2224	**1876**
		450°	1924 2091	**2008**
		500°	2017 2005	**2011**
		550°	1939 2044	**1992**
		600°	2304 2416	**2360**
		650°	3566 3207	**3387**
		700°	3260 3124	**3192**
		750°	3474 3660	**3567**
		800°	3890 4377	**4134**

Tabelle 28. Kerbschlagversuche mit Material D (Abb. 34).

Material	Spezifische Schlagarbeit mkg/cm² Einzelwerte	Mittel	Zustand des Materials	Spezifische Schlagarbeit mkg/cm² Einzelwerte	Mittel	Material
	2,16			2,35		
	2,08	2,07	nur gepreßt	2,49	2,43	
	1,98			2,45		
1a	2,45		2 St. bei 650° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt	2,88		1b
21 mm	2,45	2,44		2,85	2,85	16 mm
∅	2,43			2,83		∅
	2,60		2 St. bei 750° ausgeglüht und in Wasser abgeschreckt	2,91		
	2,42	2,55		2,95	2,92	
	2,63			2,89		
	1,28			1,69		
	1,15	1,35	gepreßt und gezogen	1,71	1,69	
	1,61			1,68		
2a	1,91		2 St. bei 650° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt	1,99		2b
20 mm	1,90	1,90		2,05	2,02	15 mm
∅	1,89			2,01		∅
	2,78		2 St. bei 750° ausgeglüht und in Wasser abgeschreckt	3,31		
	2,85	2,79		3,47	3,48	
	2,74			3,67		
	2,03		gepreßt, gezogen und abgerollt	1,45		
	2,02	1,95		1,47	1,45	
	1,80			1,44		
3a	2,19		2 St. bei 650° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt	2,16		3b
20 mm	2,02	2,09		2,21	2,17	15 mm
∅	2,07			2,13		∅
	3,88		2 St. bei 750° ausgeglüht und in Wasser abgeschreckt	3,71		
	4,01	3,83		3,66	3,71	
	3,61			3,75		

Digitized by Google

größerem Durchmesser (21 mm ⌀), nur das abgerollte Material 3a und 3b macht hiervon eine Ausnahme.

2. Die gezogenen und gezogenen und abgerollten Stangen (2a und 2b, 3a und 3b) weisen beträchtlich

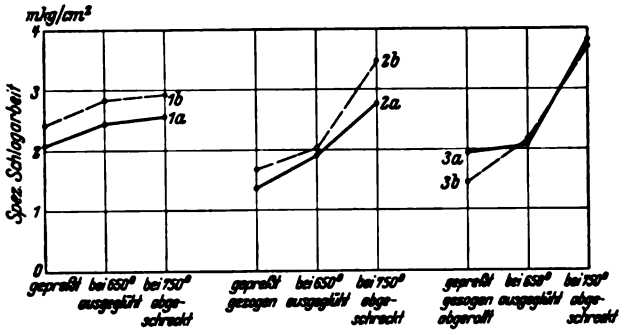


Abb. 34. Kerbschlagversuch mit Material D (Tabelle 28).

geringere Werte für die Schlagfestigkeit auf als die nur gepreßten 1a und 1b.

3. Durch Ausglühen bei 650° wird in allen Fällen die Schlagfestigkeit wieder erhöht. Die Steigerung ist bei dem nur gepreßten Material beträchtlich stärker als bei dem gezogenen und gezogenen und abgerollten.

Material E.

1. Probenmaterial.

Über das zur Verfügung gestellte Probenmaterial machte die Firma folgende Angaben:

„Die Proben sind hergestellt aus 4 Gußbarren, die aus der normalen Fabrikation entnommen waren."

Tabelle a) Gußbarren.

Nr. der Barren	Durchmesser der Barren mm	Chemische Zusammensetzung		
		Kupfer %	Blei %	Zink %
1	175	58,0	2,5	39,5
2	175	57,9	2,4	39,7
3	175	58,1	2,4	39,5
4	175	58,0	2,5	39,5

Aus diesen 4 Gußbarren wurden 4 Rundstangen 1 M bis 4 M gepreßt.

Tabelle b. Angaben über das Pressen der Rundstangen.

Nummer des Barrens	Bezeichnung der Preßstange	Durchmesser des Gußbarrens d_1 mm	Durchmesser der Preßstange d_2 mm	Verhältnis vom Gußbarren zum Preßstangendurchmesser $\frac{d_1}{d_2}$	Preßdruck Atm.	Preßgeschwindigkeit l/m	Preßdauer t/Sekunden	Verhältnis von Preßgeschwindigkeit zur Preßdauer $\frac{l}{t}$ = m/Sek.	Preßtemperatur C°
1	1 M	175	11,8	14,85	250	0,400	45	0,0089	740
2	2 M	175	35,9	4,80	250	0,440	30	0,0146	735
3	3 M	175	29,7	5,90	250	0,445	38	0,0117	700
4	4 M	175	29,7	5,90	250	0,440	50	0,0088	700

Tabelle c. Angaben über das Ziehen von Rundstangen.

Nr. des Barrens	Bezeichnung der Preßstange	Bezeichnung der gezogenen Stange	Durchmesser des Gußbarrens d_1 mm	Durchmesser der Preßstange d_2 mm	Durchmesser der gezogenen Stange d_3 mm	Streckzahlverhältnis Preßstange zu gezogener Stange $\frac{d_2}{d_3}$	Anzahl der Ziehstreifen	Anzahl der Zwischenglühungen	Temperatur der Zwischenglühungen C°
1	1 M	keine gezogene Stange hergestellt	175	11,8	—	—	—	—	—
2	2 M	desgl.	175	35,9	—	—	—	—	—
3	3 M	3 G	175	29,7	28,0	1,06	1	1	600—650
4	4 M	4 G	175	29,7	28,0	1,06	1	1	600—650
1	1 M	1 × G	175	11,8	9,0	1,31	3[1]	3	600—650
2	2 M	2 × G	175	35,9	30,0	1,20	3[2]	3	600—650
3	3 M	3 × G	175	29,7	24,0	1,24	3[2]	3	600—650
4	4 M	4 × G	175	29,7	24,0	1,24	3[2]	3	600—650

Tabelle d. Angaben über das „Abrollen" der gepreßten Stangen[3].

Nr. des Barrens	Bezeichnung der Preßstange	Bezeichnung der abgerollten Stange	Durchmesser des Gußbarrens d_1 mm	Durchmesser der Preßstange d_2 mm	Durchmesser der abgerollten Stange d_4	Größe der Anschwellung beim Abrollen $\frac{d_2}{d_4}$	Bemerkungen
1	1 M	—*	—*	—*	—*	—*	* keine abgerollte Stange hergestellt.
2	2 M	2 A	175	35,9	36,1	0,995	
3	3 M	3 A	175	29,7	29,9	0,994	
4	4 M	4 A	175	29,7	29,9	0,994	

[1] Bei jedem Zug 1 mm Abnahme.
[2] Bei jedem Zug 2 mm Abnahme.
[3] Siehe Fußanmerkung 1, Seite 3.

2. Untersuchung (Material E).

a) Erstarrungspunkt und Kleingefüge.

Material E (1 M) beginnt bei 884° zu erstarren, die $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlung geht bei 453° vor sich. Das Gefüge der gepreßten Stangen entspricht dem üblichen Gefüge gepreßten Materials. Abbildung 35 ist in 100facher Vergrößerung aus der Stange 3 M (29,7 mm⌀) aufgenommen. Die nadelförmige Ausbildung der α-Mischkristalle ist jedoch nicht so ausgeprägt wie z. B. in den Abb. 1, 7, 24 und 25. Nach dem Ausglühen bei 650° erscheinen die α-Mischkristalle rundlich und gleichmäßig angeordnet (s. Abbildung 36, $v = 100$). Die Abb. 37 und 38 ($v = 100$) sind aus den gezogenen Stangen 3 G (28 mm⌀) und 1 × G (9 mm⌀) aufgenommen.

3 G ist erheblich gröber kristallinisch als 1 × G. Eine ausgesprochene Streckrichtung ist nicht vorhanden.

Digitized by Google

Tabelle 29. Zugversuche[1] mit Material E (Anlieferungszustand) (Abb. 40).

Material	Zustand des Materials	Abmessungen		Festigkeit				Formänderung		Elastizitätsmodul
		Durchmesser d	Querschnitt F	Spannung kg/cm²			Streckgrenzeverhältnis	Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm	Querschnittsverminderung	
				σ_P	σ_S	σ_B	$\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$		$\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	$\frac{1}{\alpha} = E$
		cm	cm²					%		kg/cm²
1 M	gepreßt (11,8 mm ⌀)	1,200	1,131	880	1860	3890	48	—	—	988000
		1,200	1,131	880	1990	4020	50	—	—	—
		1,200	1,131	880	1810	3730	49	—	—	966000
	Mittel:	—	—	**880**	**1890**	**3880**	**49**	—	—	**977000**
2 M	gepreßt (35,9 mm ⌀)	1,016	0,811	620	1510	4350	35	36,9	—	985000
		1,018	0,814	610	1420	4330	33	36,8	—	1010000
	Mittel:	—	—	**620**	**1470**	**4340**	**34**	**36,9**	—	**997000**
3 M	gepreßt (29,7 mm ⌀)	1,016	0,811	620	1480	4380	34	32,0	—	1015000
		1,016	0,811	620	1480	4350	34	29,9	—	—
	Mittel:	—	—	**620**	**1480**	**4370**	**34**	**31,0**	—	**1015000**
4 M	gepreßt (29,7 mm ⌀)	1,015	0,809	490	1510	4330	35	37,0	—	—
		1,014	0,808	620	1520	4300	35	34,6	—	—
	Mittel:	—	—	**560**	**1520**	**4320**	**35**	**35,8**	—	—
3 G	gezogen (28 mm ⌀)	1,020	0,817	610	3430	4810	71	20,7	—	1040000
		1,016	0,811	620	3460	4810	72	19,5	—	1032000
	Mittel:	—	—	**620**	**3450**	**4810**	**72**	**20,1**	—	**1036000**
4 G	gezogen (28 mm ⌀)	1,015	0,809	870	3890	4850	78	18,3	—	—
		1,014	0,808	870	3750	4860	77	11,6	—	—
	Mittel:	—	—	**870**	**3820**	**4860**	**78**	**15,0**	—	—
1 × G	gezogen (9 mm ⌀)	0,900	0,636	—	3930	5430	72	—	—	—
		0,900	0,636	1100	3930	5460	72	—	—	—
		0,900	0,636	1260	4170	5460	76	—	—	—
	Mittel:	—	—	**1180**	**4010**	**5450**	**73**	—	—	—
2 × G	gezogen (30 mm ⌀)	1,017	0,812	620	3680	4900	75	22,1	—	—
		1,017	0,812	620	3580	4870	74	20,4	—	—
	Mittel:	—	—	**620**	**3630**	**4890**	**75**	**21,3**	—	—
3 × G	gezogen (24 mm ⌀)	1,018	0,814	610	3930	5070	78	18,5	—	1080000
		1,016	0,811	740	3760	5090	74	18,1	—	1115000
		1,018	0,814	740	3930	5070	78	17,9	—	—
	Mittel:	—	—	**700**	**3870**	**5080**	**77**	**18,2**	—	**1097500**
4 × G	gezogen (24 mm ⌀)	1,020	0,817	610	3800	4960	77	20,7	—	—
		1,019	0,816	490	3560	4870	73	20,5	—	—
	Mittel:	—	—	**550**	**3680**	**4920**	**75**	**20,6**	—	—
2 A	abgerollt (36,1 mm ⌀)	1,016	0,811	620	1660	4500	37	34,2	—	—
		1,014	0,808	490	1550	4520	34	32,0	—	1056000
	Mittel:	—	—	**560**	**1610**	**4510**	**36**	**33,1**	—	**1056000**
3 A	abgerollt (29,9 mm⌀)	1,017	0,812	860	1870	4370	53	22,6	—	1025000
		1,016	0,811	860	1860	4350	43	21,0	—	—
	Mittel:	—	—	**860**	**1870**	**4360**	**48**	**21,8**	—	**1025000**
4 A	abgerollt (29,9 mm ⌀)	1,030	0,817	490	1790	4350	41	32,2	—	993000
		1,015	0,809	740	1820	4420	41	32,6	—	1035000
	Mittel:	—	—	**620**	**1810**	**4390**	**41**	**32,4**	—	**1014000**

Abb. 39 ($v = 100$) ist aus der abgerollten Stange 3 A (29,9 mm⌀) aufgenommen. Das Gefüge ähnelt dem Gefüge der gepreßten und bei 650° ausgeglühten Probe (s. Abb. 36)[2].

[1] Rundstäbe bearbeitet.

[2] Über die Gefügeausbildung in α-β-Messing siehe II. Teil, Seite 44.

b) Zugversuche.

1. Zunächst wurden von den verschiedenen Materialien E (gepreßt, gezogen, abgerollt) die Festigkeitseigenschaften im Zustand der Einlieferung ins Amt ermittelt.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 29 zusammengestellt und in Abb. 40 graphisch abgetragen.

Digitized by Google

12606 $v = 100$

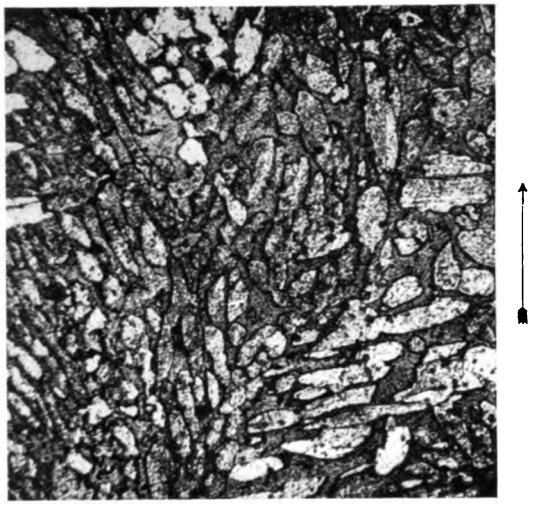


Abb. 35. Material E, 3 M gepreßt (29,7 mm ⌀).

12607 $v = 100$

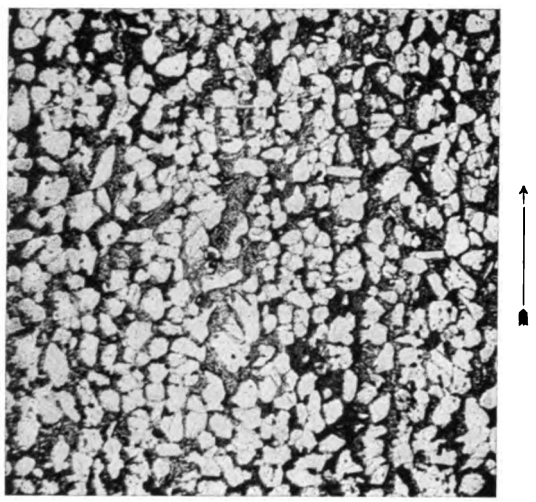


Abb. 36. Material E, 3 M gepreßt und bei 650° ausgeglüht.

12601 $v = 100$

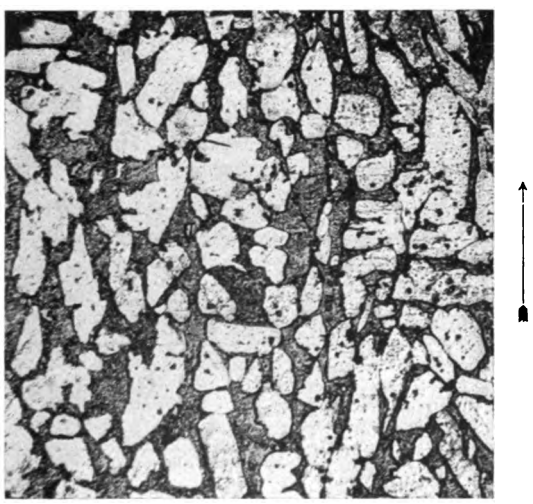


Abb. 37. Material E, 3 G gezogen (28 mm ⌀).

12613 $v = 100$

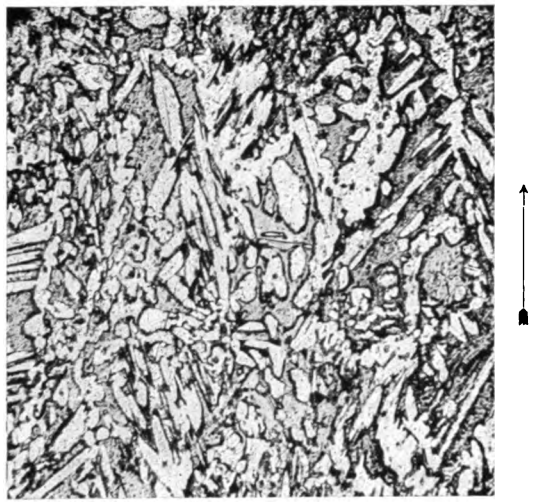


Abb. 38. Material E, 1 × G gezogen (9 mm ⌀).

12611 $v = 100$

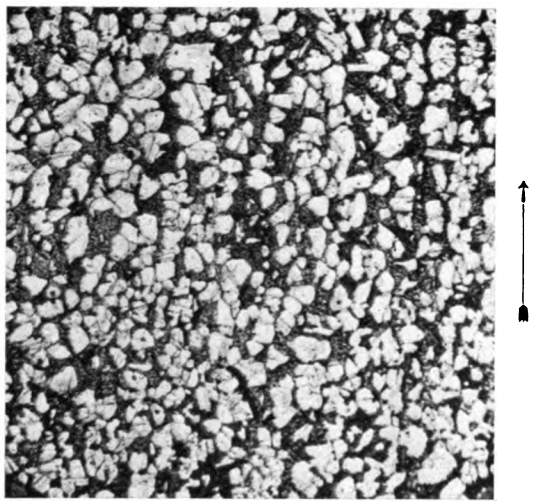


Abb. 39. Material E, 3 A abgerollt (29,9 mm ⌀).

die anderen Stangen (2 M, 3 M, 4 M) haben annähernd gleiche Festigkeit, Streckgrenze und Proportionalitätsgrenze, die Dehnung ist bei Material 3 M am geringsten.

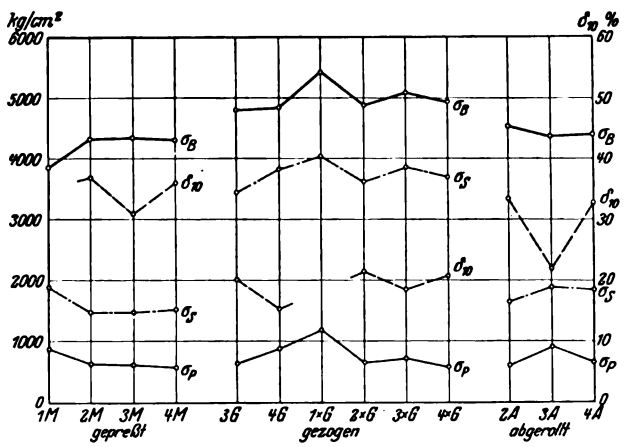


Abb. 40. Zugversuch mit Material E, Anlieferungszustand (Rundstäbe Tabelle 29).

Aus Tabelle 29 und Abb. 40 geht folgendes hervor:

1. Von den nur gepreßten Stangen weist die Stange 1 M mit dem kleinsten Durchmesser (11,8 mm) die geringste Festigkeit und die höchste Streckgrenze auf,

2. Das gezogene Material weist hohe Festigkeit und hohe Streckgrenze auf; bei Material 1 × G sind alle Werte (auch die Dehnung) besonders hoch.

Digitized by Google

Tabelle 30. Zugversuche[1] mit Material E nach dem Ausglühen und Abschrecken (Abb. 41).

Material	Zustand des Materials	Abmessungen		Festigkeit				Formänderung		Elastizitätsmodul
				Spannung kg/cm²						
		Durchmesser d cm	Querschnitt F cm²	σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzenverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	$\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
1 × G	2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt	0,892	0,625	—	1670	4260	39	38,2	42	—
		0,891	0,624	—	1900	4230	45	—	—	—
		0,893	0,626	—	1730	4260	41	—	—	—
		Mittel:		—	1770	4250	42	(38,2)	(42)	—
3 × G		1,014	0,808	740	1410	4270	33	33,7	38	—
		1,015	0,809	620	1360	4200	32	26,4	38	—
		Mittel:		680	1390	4240	33	30,1	38	—
2 M	2 St. bei 750° geglüht und dann in Wasser von 18° abgeschreckt	1,012	0,804	1240	2710	5170	52	11,3	16	—
		1,008	0,798	1130	2510	5610	45	17,4	20	—
		Mittel:		1190	2610	5390	49	14,4	18	—
3 M		1,004	0,792	1260	2730	5560	49	13,6	23	—
		1,011	0,803	1250	2640	5420	49	14,7	28	—
		Mittel:		1260	2690	5490	49	14,2	26	—
4 M		1,009	0,800	1130	2770	5840	47	17,0	21	—
		1,006	0,795	1130	2820	5880	48	16,5	22	—
		Mittel:		1130	2800	5860	48	16,8	22	—
3 G		1,010	0,801	1500	2850	5460	52	10,9	21	—
		1,011	0,803	1490	2640	5200	51	9,8	21	—
		Mittel:		1500	2750	5330	52	10,4	21	—
4 G		1,010	0,801	1250	3000	5240	57	6,6	12	—
		1,010	0,801	1250	3010	5340	56	8,2	15	—
		Mittel:		1250	3010	5290	57	7,4	14	—
1 × G		0,890	0,622	—	3520	4700	75	7,9	13	—
		0,893	0,626	—	3550	4750	75	—	—	—
		0,891	0,624	—	3280	4700	70	—	—	—
		Mittel:		—	3450	4720	73	(7,9)	(13)	—
2 × G		1,009	0,800	1130	2360	4750	50	10,1	17	—
3 × G		1,025	0,825	730	2100	3330	63	—	—	—
		1,014	0,808	1110	2600	4760	55	—	—	—
		Mittel:		920	2350	4050	59	(10,1)	(17)	—
4 × G		1,012	0,804	1120	2440	4630	53	10,8	16	—
		1,014	0,808	1240	2650	4980	53	12,3	18	—
		Mittel:		1180	2550	4810	53	11,6	17	—
2 A		1,010	0,801	870	2460	4840	51	11,1	24	—
		0,997	0,781	770	—	4160	—	6,1	17	—
		Mittel:		820	(2460)	4500	(51)	8,6	21	—
3 A		1,007	0,796	1130	2790	5030	55	6,3	11	—
		1,004	0,792	1140	2800	5650	50	10,2	16	—
		Mittel:		1140	2800	5340	53	8,3	14	—
4 A		1,015	0,809	1240	2970	5070	59	7,5	16	—
		1,010	0,801	870	2500	4340	58	—	10	—
		Mittel:		1050	2740	4700	59	(7,6)	13	—

3. Durch das Abrollen der gepreßten Stangen wurden die Werte für σ_B und σ_P nicht erheblich geändert. σ_S stieg etwas an und die Dehnung sank zum Teil beträchtlich (3 A) ab[2].

[1] Rundstäbe unbearbeitet.

[2] Siehe auch Tabelle 55 und Erläuterung dazu auf S. 52.

Zur Ermittlung der Zugfestigkeit nach dem Ausglühen und nach dem Abschrecken wurden aus den gezogenen Stangen 1 × G und 3 × G einige Rundstäbe 2 St. bei 650° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt. Von den Materialien 2 M, 3 M, 4 M, 3 G, 4 G,

Digitized by Google

1 × G, 2 × G, 3 × G, 4 × G, 2 A, 3 A, 4 A wurden außerdem Rundstäbe 2 St. bei 750° geglüht und in Wasser von 18° abgeschreckt.

Die Ergebnisse der Zugversuche sind in Tabelle 30 zusammengestellt und in Abb. 41 graphisch aufgetragen.

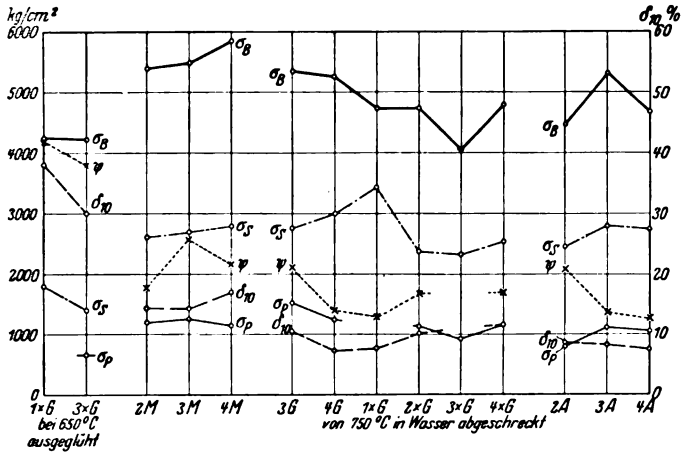


Abb. 41. Zugversuche mit Material E, ausgeglüht und von 750° in Wasser abgeschreckt (Rundstäbe Tabelle 30).

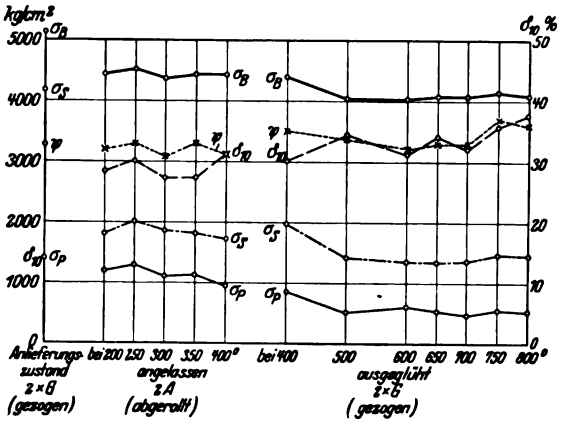


Abb. 44. Zugversuche mit Material E (Flachstäbe) nach dem Anlassen bzw. Ausglühen bei verschiedenen Temperaturen.

Aus Tabelle 30 und Abb. 41 geht folgendes hervor:

1. Durch das Ausglühen bei 650° mit nachfolgender Luftabkühlung ist die Festigkeit σ_B und die Streckgrenze σ_S der gezogenen Materialien 1 × G und 3 × G stark heruntergedrückt, die Dehnung stark gehoben worden.

2. Das Abschrecken von 750° in Wasser von 18° hat bei den gepreßten Materialien 2 M, 3 M und 4 M

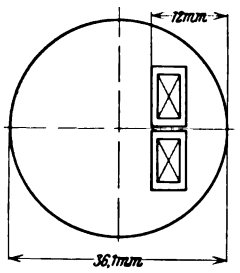


Abb. 42. Entnahme der Flachstäbe aus Material 2 × G.

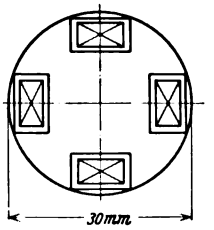


Abb. 43. Entnahme der Flachstäbe aus Material 2 A.

ein starkes Ansteigen der Festigkeit (σ_B) und der Streckgrenze (σ_S) bewirkt, während die Dehnung herabgesunken ist.

Die gezogenen Materialien weisen stark schwankende Werte auf. Die Festigkeit σ_B liegt teils über den Werten im gezogenen Zustand, teils darunter. Die Streckgrenze liegt in allen Fällen unter den Werten, im gezogenen Zustand, ebenso auch die Dehnung. Die abgerollten Materialien haben sich ähnlich wie die gezogenen verhalten; die Dehnung ist beträchtlich gesunken.

3. Mit dem gezogenen Material 2 × G und dem abgerollten Material 2 A wurden noch Zugversuche mit Flachstäben nach dem Anlassen bzw. Ausglühen bei verschiedenen Temperaturen (mit nachfolgender Luftabkühlung) ausgeführt. Die Anlaß- bzw. Glühtemperaturen sind in Tabelle 31 angegeben. Von den ausgeglühten Abschnitten der Stange 2 × G wurden nach Maßgabe der Abb. 42 am äußeren Umfang 19 Flachstäbe von etwa 7 × 4 mm Stabquerschnitt und etwa 66 mm prismatischer Länge entnommen[1]. Die Probeentnahme aus dem Material 2 A ist aus Abb. 43 ersichtlich.

Die Ergebnisse der Zugversuche sind in Tabelle 31 zusammengestellt und in Abb. 44 graphisch aufgetragen. Die Festigkeit (σ_B) der abgerollten Stangen wird bis zu 400° Anlaßhitze nicht merkbar geändert, Streckgrenze (σ_S) und Proportionalitätsgrenze (σ_P) sinken schwach ab, während die Dehnung bei 400° Anlaßhitze deutlich ansteigt. Bei den gezogenen Stangen ist bei den bei 400° angelassenen Proben immer noch die Wirkung des Kaltziehens merkbar, erst von 500° Glühtemperatur ab ist sie nicht mehr erkennbar. Die Festigkeitswerte (σ_S, σ_B) ändern sich bei 800° Glühtemperatur nicht mehr wesentlich, nur die Dehnung (δ) weist bei 750 und 800° Glühtemperatur einen weiteren Anstieg auf.

c) Spannungsmessungen.

Die Spannungsmessungen wurden mit einem Abschnitt der gezogenen Stange 2 × G und mit Abschnitten der abgerollten Stangen 2 A und 3 A durchgeführt; schließlich wurden noch Abschnitte der Stange 2 A bei verschiedenen Temperaturen 2 St. lang angelassen und in ihnen nach dem Abkühlen die Spannungen ermittelt. Die Ergebnisse sind in den Tabellen 32 bis 34 zusammengestellt und in den Abb. 45 bis 48 graphisch aufgetragen.

Die gezogene Stange 2 × G weist außen starke Zugspannungen auf, während die abgerollten Stangen in den Außenschichten schwache Druckspannungen und im Inneren Zugspannungen zeigen. Beim Anlassen der abgerollten Stange 2 A trat von etwa 300° Anlaßhitze ein Absinken der inneren Spannungen ein und bei 400° war das Material nahezu spannungsfrei.

Hiernach ergeben sich zwei Wege, um die Spannungen in einem kaltgereckten Material aufzuheben bzw. herabzumindern: 1. Anlassen bzw. Ausglühen bei Temperaturen von etwa 300° aufwärts. 2. Kaltstauchung eines vorher kaltgezogenen Materials oder umgekehrt.

[1] Beim Längsaufsägen wurden die Hälften der im Anlieferungszustand und nach dem Anlassen bei 400° zerlegten Abschnitte etwas krumm. Die anderen Abschnitte blieben gerade.

Digitized by Google

Tabelle 31.

Zugversuche mit Material E (Flachstäbe) nach dem Ausglühen bei verschiedenen Temperaturen (Abb. 44).

Material	Zustand des Materials		Abmessung	Festigkeit				Formänderung		Elastizitätsmodul
				Spannung kg/cm²						
			Querschnitt F cm²	σ_P	σ_S	σ_B	Streckgrenzenverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 10$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$	$\frac{1}{\alpha} = E$ kg/cm²
2 × G	Anlieferungszustand		0,284	1230	4260	5210	82	12,9	34	1013000
			0,277	1440	4150	5050	82	15,0	30	1007000
			0,291	1550	4160	5160	81	14,8	36	994400
			Mittel:	**1410**	**4190**	**5140**	**82**	**14,2**	**33**	**1004800**
	2 St. bei nebenstehenden Temperaturen geglüht und an der Luft abgekühlt	400°	0,279	538	1670	4300	39	32,0	32	991200
			0,291	773	2060	4420	47	33,1	39	1053500
			0,280	1340	2220	4500	49	25,1	34	1010000
			Mittel:	**884**	**1980**	**4410**	**45**	**30,1**	**35**	**1018200**
		500°	0,285	526	1440	4070	35	33,2	32	982000
			0,285	526	1440	4070	35	31,8	34	1061000
			0,291	515	1430	4060	35	38,5	36	1026700
			Mittel:	**522**	**1440**	**4070**	**35**	**34,5**	**34**	**1023200**
		600°	0,284	616	1370	3980	34	29,1	30	960000
			0,288	608	1370	4130	33	33,5	34	865500
			Mittel:	**612**	**1370**	**4060**	**34**	**31,3**	**32**	**912800**
		650°	0,274	547	1350	4050	33	32,8	32	937500
			0,279	538	1360	4120	33	35,5	34	1010000
			Mittel:	**543**	**1360**	**4090**	**33**	**34,1**	**33**	**973800**
		700°	0,282	443	1380	4110	34	32,7	34	1002900
			0,280	536	1390	4110	34	32,0	32	1004000
			Mittel:	**489**	**1390**	**4110**	**34**	**32,4**	**33**	**1003500**
		750°	0,295	508	1460	4140	35	38,7	38	1021000
			0,292	599	1490	4180	36	33,0	36	998900
			Mittel:	**554**	**1480**	**4160**	**36**	**35,9**	**37**	**1009950**
		800°	0,296	507	1450	4050	36	35,2	35	1038500
			0,291	515	1460	4120	35	40,3	37	1101000
			Mittel:	**511**	**1460**	**4090**	**36**	**37,8**	**36**	**1069800**
2 A	2 St. bei nebenstehenden Temperaturen angelassen und an der Luft abgekühlt	200°	0,252	1090	1790	4420	40	29,7	33	—
			0,268	1310	1850	4480	41	27,5	30	—
			Mittel:	**1200**	**1820**	**4450**	**41**	**28,6**	**32**	—
		250°	0,280	1070	1950	4500	43	29,7	33	—
			0,279	1520	2060	4520	46	30,5	32	—
			Mittel:	**1300**	**2010**	**4510**	**45**	**30,1**	**33**	—
		300°	0,283	880	1820	4310	42	—	32	—
			0,279	1340	1940	4410	44	27,3	29	—
			Mittel:	**1110**	**1880**	**4360**	**43**	**27,3**	**31**	—
		350°	0,277	1260	1840	4440	41	28,3	31	—
			0,268	1030	1830	4400	42	26,5	34	—
			Mittel:	**1150**	**1840**	**4420**	**42**	**27,4**	**33**	—
		400°	0,274	820	1680	4360	39	32,2	31	—
			0,270	1110	1780	4500	40	30,4	31	—
			Mittel:	**970**	**1730**	**4430**	**40**	**31,3**	**31**	—

d) Druckversuche.

Für die Druckversuche wurden Proben aus allen Materialien im Anlieferungszustand (nicht abgedreht) verwandt. Von den Materialien 2 M, 3 G und 2 A wurden ferner Proben geprüft, die auf 20 mm bzw. 10 mm Durchmesser abgedreht waren. Von Material 2 A wurden schließlich Abschnitte bei steigenden Temperaturen (s. Tabelle 35) angelassen, an der Luft abgekühlt und nach dem Abdrehen auf 30 mm der Prüfung auf Druckfestigkeit unterzogen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 35 zusammengestellt und in Abb. 19 graphisch aufgetragen.

Digitized by Google

Tabelle 32. Spannungsmessungen (Abb. 45).
Material 2 × G (gepreßt und gezogen).
Ursprüngliche Länge der Abdrehung $l = 17{,}0$ cm.

Nr. der abgedrehten Schicht	Material E	Durchmesser des Stabes nach der n ten Abdrehung	Querschnitte: der abgedrehten Schicht f'_n	Querschnitte: des übrigbleibenden Stabteiles f''_n	Längenänderung des Stabes nach der n ten Abdrehung $l_n - l$	Spannung in der n ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in
		cm	cm²	cm²	cm	kg/cm²
0	2 × G gepreßt und gezogen	2,99	0	0,722	—	—
1		2,59	1,753	5,269	0,01285	+2270
2		2,22	1,398	3,871	0,02179	+ 700
3		1,82	1,269	2,602	0,02634	— 735
4		1,42	1,018	1,584	0,02864	—1335
5		1,02	0,767	0,817	0,03286	—1425
—		0	0,817	0	—	—1935

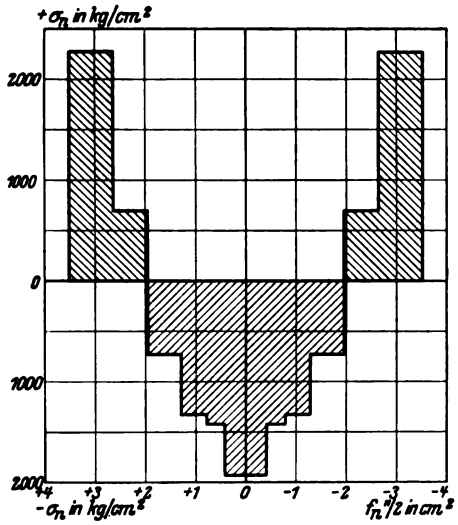


Abb. 45. Reckspannungen, Material 2 × G (gezogen).

Tabelle 33. Spannungsmessungen (Abb. 46 und 47).
Material 2 A und 3 A (gepreßt und abgerollt).
2 A Ursprüngliche Länge der Abdrehung $l = 17{,}01$ cm.
3 A „ „ „ „ $l = 17{,}02$ cm.

Nr. der abgedrehten Schicht	Material E	Durchmesser des Stabes nach der n ten Abdrehung	Querschnitte: der abgedrehten Schicht f_n	Querschnitte: des übrigbleibenden Stabteiles f''_n	Längenänderung des Stabes nach der n ten Abdrehung $l_n - l$	Spannung in der n ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in
		cm	cm²	cm²	cm	kg/cm²
0	2 A gepreßt und abgerollt (Abb. 46)	3,61	0	10,235	—	—
1		3,20	2,192	8,043	—0,00103	—225
2		2,80	1,885	6,158	—0,00141	— 10
3		2,40	1,634	4,524	—0,00320	—210
4		2,01	1,351	3,173	—0,00316	+195
5		1,61	1,137	2,036	—0,00339	+160
6		1,22	0,867	1,169	—0,00381	+225
—		0	1,169	0	—	—
0	3 A gepreßt und abgerollt (Abb. 47)	2,99	0	7,022	—	—
1		2,60	1,713	5,309	—0,00227	—415
2		2,22	1,438	3,871	—0,00406	—150
3		1,82	1,269	2,602	—0,00594	+ 10
4		1,42	1,018	1,584	—0,00678	+270
5		1,02	0,767	0,817	—0,00881	+270
—		0	0,817	0	—	+520

Tabelle 34. Spannungsmessungen mit Material E. 2 A (abgerollt) und bei verschiedenen Temperaturen angelassen (Abb. 48).

Nr der abgedrehten Schicht	Material E	Ursprüngliche Länge der Abdrehung in	Wärmebehandlung	Durchmesser des Stabes nach der n ten Abdrehung	Querschnitte: der abgedrehten Schicht f_n	Querschnitte: des übrigbleibenden Stabteiles f''_n	Längenänderung des Stabes nach der n ten Abdrehung $l_n - l$	Spannung in der n ten Schicht des ursprünglichen Stabes σ_n in
		cm		cm	cm²	cm²	cm	kg/cm²
0	2 A (gepreßt und abgerollt) bei verschiedenen Temperaturen angelassen	17,01	Anlieferungszustand (aus Tabelle 33)	3,61	0	10,235	—	—
1				3,20	2,192	8,043	—0,00103	—225
—				0	8,043	0	—	+ 60
0		17,05	bei 200° angelassen	3,61	0	10,235	—	—
1				3,21	2,142	8,093	—0,00114	—250
—				0	8,093	0	—	+ 65
0		17,07	bei 250° angelassen	3,61	0	10,235	—	—
1				3,21	2,142	8,093	—0,00110	—240
—				0	8,093	0	—	+ 65
0		17,06	bei 300° angelassen	3,61	0	10,235	—	—
1				3,21	2,142	8,093	—0,00090	—200
—				0	8,093	0	—	+ 55
0		17,07	bei 350° angelassen	3,61	0	10,235	—	—
1				3,21	2,192	8,043	—0,00083	—180
—				0	8,043	0	—	+ 50
0		17,08	bei 400° angelassen	3,61	0	10,235	—	—
1				3,21	2,142	8,093	—0,00046	—100
—				0	8,039	0	—	+ 25

Digitized by Google

Aus Tabelle 35 und Abb. 49 geht folgendes hervor:

1. Von den gepreßten Stangen weist die Stange 2 M mit dem größten Durchmesser (∼ 36 mm ⌀) die geringste

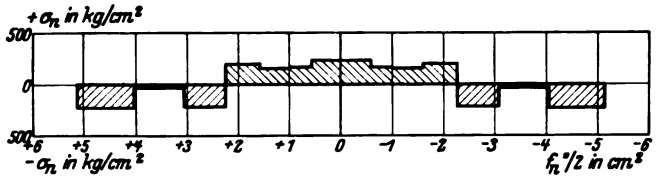


Abb. 46. Reckspannungen, Material 2 A (abgerollt).

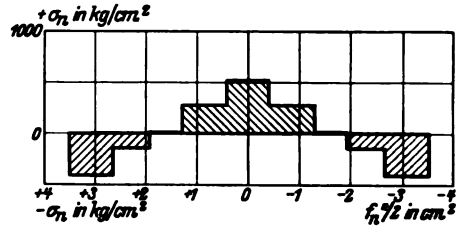


Abb. 47. Reckspannungen, Material 3 A (abgerollt).

und die Stange 1 M mit dem kleinsten Durchmesser (∼ 12 mm ⌀) höchste Quetschgrenze (— σ_S) auf. Das Abdrehen auf kleinere Durchmesser hat keine wesentlichen Unterschiede in der Druckfestigkeit bedingt.

3. Die abgerollten Stangen (2 A bis 4 A) weisen erheblich höhere Werte für —σ_S auf als die gepreßten Stangen; sie bleiben aber immer noch beträchtlich hinter den Werten für die gezogenen Stangen zurück. Auch hier zeigt sich deutlich der Einfluß des Abdrehens auf geringere Querschnitte durch Absinken der —σ_S-Grenze.

4. Durch Anlassen bei steigenden Temperaturen wird die —σ_S-Grenze der abgerollten Stangen 2 A deutlich heruntergedrückt. Auffallenderweise ist der Abfall bei 200° Anlaßhitze am größten. Von 250 bis 400° Anlaßhitze sinkt die —σ_S-Grenze nur sehr langsam ab.

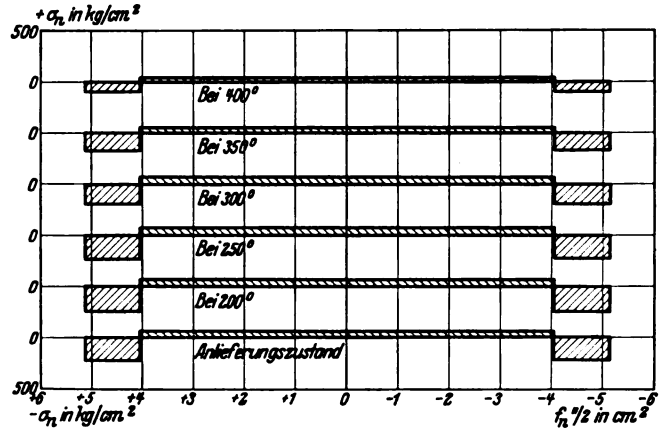


Abb. 48. Reckspannungen, Material 2 A (abgerollt) und bei verschiedenen Temperaturen angelassen.

2. Von den gezogenen Stangen weist die Stange 1 × G die höchsten Werte für die Quetschgrenze (—σ_S) auf. Das Abdrehen auf kleinere Durchmesser hat bei der Stange 3 G ein deutliches Herabsinken der —σ_S-

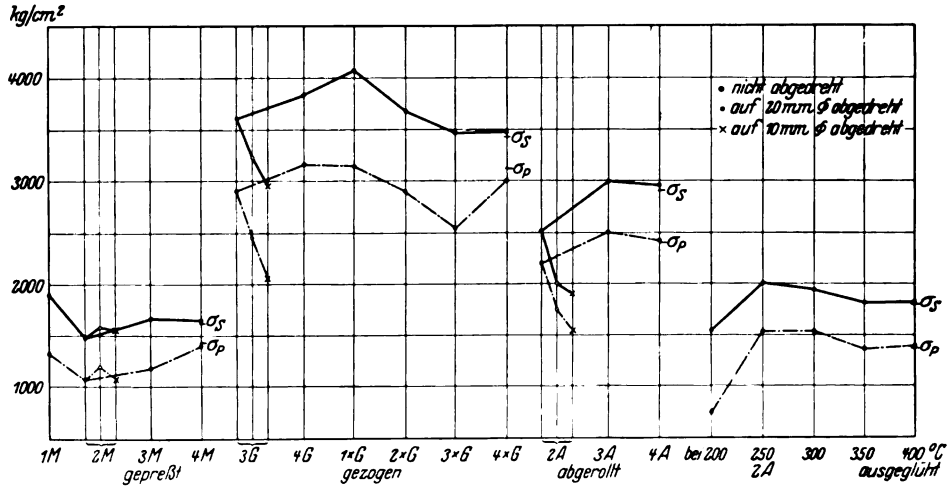


Abb. 49. Druckversuche mit Material E (Tabelle 35).

Grenze bewirkt; daraus geht hervor, daß der Einfluß des Kaltziehens in erster Linie die Randzonen beeinflußt, mehr nach der Mitte der Rundstangen hin ist der Einfluß erheblich geringer.

5. Die Werte für die —σ_P-Grenze liegen bei allen Proben entsprechend tiefer, die Veränderungen laufen mit den Veränderungen der —σ_S-Grenze durchaus parallel.

Digitized by Google

Tabelle 35. Druckversuche mit Material E (Abb. 49).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials		Abmessungen: Höhe h cm	Durchmesser d cm	Druckfläche f cm²	Festigkeit Spannung in kg/cm²: Höchstlast $-\sigma_B$	P-Grenze $-\sigma_P$	Quetschgrenze $-\sigma_S$
1 M	gepreßt		1,206	1,200	1,131	11050	1330	1940
			1,215	1,198	1,130	11310	1330	1860
						Mittel:	**1330**	**1900**
2 M			3,605	3,585	10,09	2980	1090	1490
			3,603	3,585	10,09	5350	1090	1490
						Mittel:	**1090**	**1490**
3 M			2,970	2,955	6,86	9050	1020	1650
			2,970	2,953	6,85	3650	1360	1670
						Mittel:	**1190**	**1660**
4 M			2,970	2,971	6,93	3610	1410	1650
			2,969	2,963	6,90	3620	1380	1650
						Mittel:	**1400**	**1650**
3 G	gezogen	Anlieferungszustand (nicht abgedreht)	2,806	2,796	6,14	4890	3100	3750
			2,807	2,796	6,14	4890	2740	3460
						Mittel:	**2920**	**3610**
4 G			2,808	2,798	6,15	4880	3120	3780
			2,809	2,799	6,15	4880	3260	3900
						Mittel:	**3190**	**3840**
1 × G			0,916	0,897	0,632	5220	3170	4120
			0,914	0,898	0,633	5210	3160	4040
						Mittel:	**3170**	**4080**
2 × G			3,000	2,994	7,040	4970	2700	3560
			2,998	2,995	7,045	4970	3120	3810
						Mittel:	**2910**	**3690**
3 × G			2,405	2,402	4,53	5300	2560	3530
			2,405	2,400	4,52	5320	2550	3450
						Mittel:	**2560**	**3490**
4 × G			2,406	2,401	4,53	5400	3010	3440
			2,405	2,399	4,52	5320	3010	3540
						Mittel:	**3010**	**3490**
2 A	abgerollt		3,604	3,608	10,22	7830	2230	2580
			3,605	3,609	10,23	7820	2190	2460
						Mittel:	**2210**	**2520**
3 A			3,002	2,987	7,01	3420	2570	3020
			3,001	2,989	7,02	3420	2460	3020
						Mittel:	**2520**	**3020**
4 A			3,000	2,988	7,01	3420	2460	2970
			3,000	2,991	7,03	6400	2420	2960
						Mittel:	**2440**	**2970**
2 M	gepreßt	Anlieferungszustand	2,01	2,014	3,186	1880	1260	1600
			2,01	2,015	3,189	1880	1130	1560
						Mittel:	**1200**	**1580**
3 G	gezogen		2,01	2,014	3,186	4080	2510	3260
			2,01	2,014	3,186	4080	2380	3210
						Mittel:	**2450**	**3240**
2 A	abgerollt		2,00	2,010	3,173	2520	1760	2020
			2,01	2,010	3,173	2520	1760	1990
						Mittel:	**1760**	**2010**

Digitized by Google

Tabelle 35 (Fortsetzung).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials	Anlieferungszustand	Abmessungen: Höhe h cm	Durchmesser d cm	Druckfläche f cm²	Festigkeit Spannung in kg/cm²: Höchstlast $-\sigma_B$	P-Grenze $-\sigma_P$	Quetschgrenze $-\sigma_S$
2 M	gepreßt		0,909	1,025	0,825	2360	1090	1540
			0,909	1,024	0,824	2310	1090	1570
						Mittel:	**1090**	**1560**
3 G	gezogen	abgedreht auf 10 mm ∅	1,008	1,027	0,828	3620	1930	2960
			1,012	1,026	0,827	3620	2170	2970
						Mittel:	**2050**	**2970**
2 A	abgerollt		1,010	1,028	0,830	2650	1570	1890
			1,010	1,027	0,828	2650	1570	1930
						Mittel:	**1570**	**1910**
2 A (abgerollt)	2 St. bei nebenstehenden Temperaturen geglüht und an der Luft abgekühlt, dann auf 300 mm ∅ abgedreht		3,00	3,01	7,116	1970	980	1550
		200°	3,00	3,01	7,116	1970	910	1550
						Mittel:	**950**	**1550**
		250°	3,01	3,01	7,116	2390	1550	2030
			3,01	3,00	7,069	2410	1550	2020
						Mittel:	**1550**	**2030**
		300°	3,01	3,00	7,069	2410	1550	1970
			3,00	3,01	7,116	2390	1550	1920
						Mittel:	**1550**	**1950**
		350°	3,01	3,01	7,116	2250	1410	1830
			3,01	3,01	7,116	2250	1340	1830
						Mittel:	**1380**	**1830**
		400°	3,01	3,01	7,116	2250	1410	1830
			3,01	3,01	7,116	2250	1410	1830
						Mittel:	**1410**	**1830**

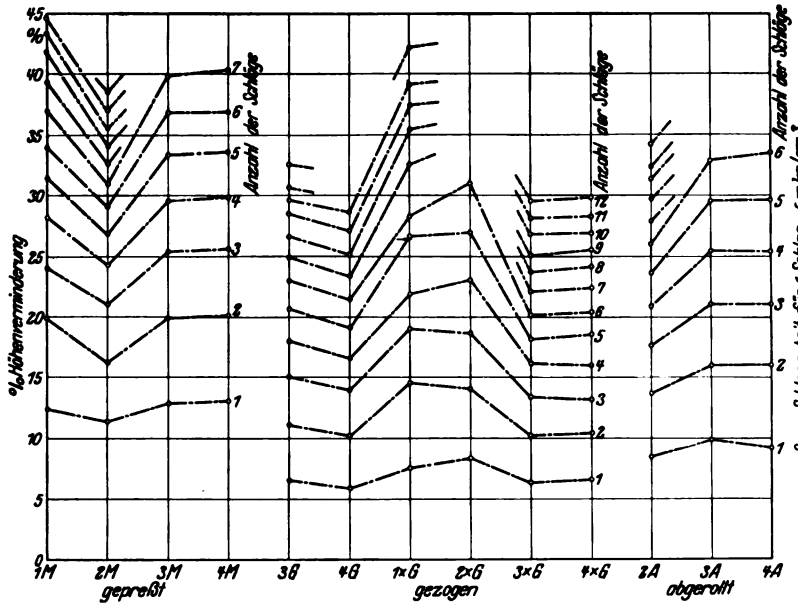


Abb. 50. Schlagversuche mit Material E (Tabelle 36).

e) Schlagversuche.

Für die Schlagversuche wurde das gleiche Stangenmaterial verwandt wie für die Druckversuche. Da die Proben verschiedenen Durchmesser hatten, so wurden Fallhöhe und Bärgewicht so weit verändert, daß die spezifische Schlagarbeit für 1 Schlag immer 5 mkg/ccm betrug.

In Tabelle 36 sind die Ergebnisse zusammengestellt und in Abb. 50 graphisch aufgetragen.

Aus Tabelle 36 und Abb. 50 ergibt sich folgendes:

1. Von den gepreßten Stangen hat die Stange 2 M (35,9 mm ∅) die höchste Schlagfestigkeit; die Stangen 3 M und 4 M mit gleichem Durchmesser weisen die gleiche Schlagfestigkeit auf und die Stange 1 M mit kleinstem Durchmesser liegt etwa in der Mitte zwischen den anderen Stangen.

2. Die gezogenen Stangen besitzen beträchtlich höhere Schlagfestigkeit als die gepreßten. Die Stangen 3 G, 4 G und 3 × G, 4 × G weisen etwa die gleiche hohe Schlagfestigkeit auf; etwas geringer ist sie bei den Stangen 1 × G und 2 × G.

3. Die Schlagfestigkeit der abgerollten Stange liegt etwa in der Mitte der Festigkeit der gepreßten und gezogenen Stangen.

Digitized by Google

Tabelle 36. Schlagversuche mit Material E. Spezifische Schlagarbeit = 5 mkg/cm³ für 1 Schlag (Abb. 50).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials	Abmessungen: Höhe h cm	Abmessungen: Durchmesser d cm	Bärgewicht kg	Fallhöhe cm	Schlagarbeit für 1 Schlag mkg	Höhenverminderung in % nach den übergeschriebenen Schlägen: 1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	Zum Bruch erforderlich: n = Zahl der Schläge	Spezifische Schlagarbeit in mkg/cm³ für n Schläge
1 M	gepreßt	1,21	1,20	31,11	22,0	6,86	12,4	20,7	24,0	28,1	31,4	33,9	37,2	39,7	42,2	43,8	—	—	—	—	—	11	55
	11,8 mm ⌀	1,21	1,20				12,4	19,0	24,0	28,1	31,4	33,9	36,4	38,9	41,3	43,0	44,7	—	—	—	—	12	60
							12,4	**19,9**	**24,0**	**28,1**	**31,4**	**33,9**	**36,8**	**39,3**	**41,8**	**43,4**	—	—	—	—	—		
2 M	gepreßt	3,61	3,59	100,02	182,6	182,65	11,6	17,2	21,4	24,7	27,2	29,1	30,5	32,4	34,1	35,2	36,9	38,2	39,6	41,9	43,3	16	80
	35,9 mm ⌀	3,60	3,59		183,0	182,00	11,1	15,2	20,5	23,8	26,6	29,1	31,0	32,8	34,1	35,8	37,2	38,8	—	—	—	13	65
							11,4	**16,2**	**21,0**	**24,3**	**26,9**	**29,1**	**30,8**	**37,6**	**34,1**	**35,5**	**37,1**	**38,5**	—	—	—		
3 M	gepreßt	2,97	2,96	100,02	102,2	102,25	12,5	19,5	24,9	29,3	33,0	36,7	39,8	—	—	—	—	—	—	—	—	8	40
	29,7 mm ⌀	2,97	2,96				13,1	20,2	25,6	30,0	33,7	37,1	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7	35
							12,8	**19,9**	**25,3**	**29,7**	**33,4**	**36,9**	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
4 M	gepreßt	2,97	2,96	100,02	102,2	102,25	12,8	20,2	25,6	29,6	33,7	36,7	40,1	—	—	—	—	—	—	—	—	8	40
	29,7 mm ⌀	2,97	2,97			102,85	13,1	20,2	25,6	30,0	33,7	37,1	40,4	—	—	—	—	—	—	—	—	8	40
							13,0	**20,2**	**25,6**	**29,8**	**33,7**	**36,9**	**40,3**	—	—	—	—	—	—	—	—		
3 G	gezogen	2,81	2,80	56,56	152,9	86,45	6,8	11,4	15,3	18,5	21,0	23,1	25,2	27,0	28,8	—	—	—	—	—	—	11	55
	28 mm ⌀	2,81	2,80				6,1	10,7	14,6	17,4	20,3	22,8	24,6	26,3	28,1	29,6	30,6	32,7	—	—	—	13	65
							6,5	**11,1**	**15,0**	**18,0**	**20,7**	**23,0**	**24,9**	**26,7**	**28,5**	—	—	—	—	—	—		
4 G	gezogen	2,81	2,80	56,56	152,9	86,45	6,1	10,3	14,2	16,7	19,2	21,7	23,5	25,6	27,4	—	—	—	—	—	—	10	50
	28 mm ⌀	2,79	2,80		151,8	85,85	5,4	10,0	13,6	16,5	19,0	21,2	23,0	24,7	26,5	28,7	—	—	—	—	—	11	55
							5,8	**10,2**	**13,9**	**16,6**	**19,1**	**21,5**	**23,3**	**25,2**	**27,0**	—	—	—	—	—	—		
1 × G	gezogen	0,917	0,897	6,9	42,1	2,905	7,6	15,3	19,6	21,8	26,2	28,4	32,7	36,0	38,2	—	—	—	—	—	—	10	50
	9 mm ⌀	0,918	0,897		42,0	2,900	7,6	14,2	18,5	21,8	27,2	28,3	32,7	34,9	37,0	39,2	42,4	—	—	—	—	12	60
							7,6	**14,7**	**19,1**	**21,8**	**26,7**	**28,4**	**32,7**	**35,5**	**37,6**	—	—	—	—	—	—		
2 × G	gezogen	3,00	2,99	100,02	105,3	105,30	8,3	14,0	18,7	23,0	26,7	30,7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7	35
	30 mm ⌀	3,00	3,00		106,1	106,05	8,3	14,0	18,7	23,0	27,0	31,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7	35
							8,3	**14,0**	**18,7**	**23,0**	**26,9**	**31,0**	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
3 × G	gezogen	2,41	2,40	56,56	96,1	54,40	6,6	10,4	13,3	16,6	18,2	20,4	22,4	23,7	25,3	27,0	28,2	29,5	—	—	—	13	65
	24 mm ⌀	2,41	2,40				6,2	10,0	13,3	15,8	17,9	19,8	22,0	23,6	24,5	26,6	28,2	29,5	—	—	—	13	65
							6,4	**10,2**	**13,3**	**16,2**	**18,1**	**20,1**	**22,2**	**23,7**	**24,9**	**26,8**	**28,2**	**29,5**	—	—	—		
4 × G	gezogen	2,41	2,40	56,56	96,1	54,40	6,6	10,4	12,9	15,8	18,2	20,4	22,4	24,0	25,7	27,0	28,6	—	—	—	—	12	60
	24 mm ⌀	2,41	2,40		95,8	54,20	6,6	10,4	13,3	16,2	18,7	20,4	22,4	24,0	25,3	26,6	28,2	29,9	—	—	—	13	65
							6,6	**10,4**	**13,1**	**16,0**	**18,5**	**20,4**	**22,4**	**24,0**	**25,5**	**26,8**	**28,4**	—	—	—	—		
2 A	abgerollt	3,61	3,61	100,02	184,7	184,75	8,6	13,6	17,5	20,8	23,3	25,5	27,2	29,2	30,8	32,4	34,4	—	—	—	—	12	60
	36,1 mm ⌀	3,61	3,61				8,3	13,6	17,7	21,0	23,8	26,0	28,3	30,2	31,9	—	—	—	—	—	—	10	50
							8,5	**13,6**	**17,6**	**20,9**	**23,6**	**25,8**	**27,8**	**29,7**	**31,4**	—	—	—	—	—	—		
3 A	abgerollt	3,00	2,99	100,02	105,3	105,3	10,0	16,0	21,0	25,7	29,7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	6	30
	29,9 mm ⌀	3,00	2,99				9,3	16,0	21,0	25,3	29,3	33,0	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7	35
							9,7	**16,0**	**21,0**	**25,5**	**29,5**	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—		
4 A	abgerollt	3,00	2,99	100,02	105,3	105,3	9,3	16,0	21,0	25,3	29,7	33,7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7	35
	29,9 mm ⌀	3,00	2,99				9,3	16,0	21,0	25,3	29,7	33,7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	7	35
							9,3	**16,0**	**21,0**	**25,3**	**29,7**	**33,7**	—	—	—	—	—	—	—	—	—		

Digitized by Google

Tabelle 37. Verdrehungsversuche mit Material E (Abb. 51).

Entnommen aus Stange	Zustand des Materials	Durchmesser d der Probe cm	Widerstandsmoment W cm³	Proportionalitätsgrenze: Gesamtmoment $P \cdot r$ cmkg	Proportionalitätsgrenze: Schubspannung l kg/cm²	Gleitmodul G kg/cm²	Bruchgrenze: Gesamtmoment $B \cdot r$ cmkg	Bruchgrenze: Schubspannung τ_{max} kg/cm²	Anzahl der Verwindungen bis zum Bruch
2 M 35,9 mm ⌀ gepreßt		1,005	0,09966	85,5	430	317340	803,7	4030	2,6
		1,011	0,10145	85,5	420	353220	826,5	4070	2,6
			Mittel:	**85,5**	**430**	**335280**	**815,1**	**4050**	**2.6**
3 M 29,7 mm ⌀ gepreßt		1,005	0,09966	85,5	430	339700	826,5	4150	2,6
		1,008	0,10056	85,5	430	344280	803,7	4000	2,6
			Mittel:	**85,5**	**430**	**341990**	**815,1**	**4080**	**2,6**
4 M 29,7 mm ⌀ gepreßt		1,004	0,09937	85,5	430	324620	798,0	4020	2,5
		1,007	0,10026	85,5	430	322000	798,0	3980	2,8
			Mittel:	**85,5**	**430**	**323310**	**798,0**	**4000**	**2,7**
4 G 28 mm ⌀ gezogen	An-lieferungs-zustand	1,007	0,10026	199,5	990	347890	855,0	4260	2,5
		1,001	0,09847	199,5	1010	356960	843,6	4280	2,2
			Mittel:	**199,5**	**1000**	**352430**	**849,3**	**4270**	**2,4**
3 × G 24 mm ⌀ gezogen		0,997	0,09730	199,5	1030	353360	860,7	4420	2,3
		1,010	0,10115	199,5	990	329860	860,7	4250	2,3
			Mittel:	**199,5**	**1010**	**341610**	**860,7**	**4340**	**2,3**
4 × G 24 mm ⌀ gezogen		1,007	0,10026	176,7	880	347300	832,2	4150	1,9
		1,001	0,09847	199,5	1010	340160	849,3	4310	2,7
			Mittel:	**188,2**	**950**	**343730**	**840,8**	**4230**	**2,3**
4 A 29,9 mm ⌀ abgerollt		1,027	0,10630	142,5	670	350890	843,6	3970	2,2
		0,998	0,09759	114,0	580	354700	786,6	4030	2,3
			Mittel:	**128,3**	**630**	**352800**	**815,1**	**4000**	**2,3**
2 M 35,9 mm ⌀ gepreßt		—	—	—	—	—	—	—	—
		1,006	0,09996	57,0	290	343530	769,5	3850	2,4
			Mittel:	**57,0**	**290**	**343530**	**769,5**	**3850**	**2.4**
3 M 29,7 mm ⌀ gepreßt		1,007	0,10026	57,0	280	297140	798,0	3980	2,5
		1,005	0,09966	57,0	290	317620	826,5	4150	3,9
			Mittel:	**57.0**	**290**	**307380**	**812,3**	**4070**	**3.2**
4 M 29,7 mm ⌀ gepreßt		1,004	0,09937	57,0	290	330250	786,6	3960	2.7
		1,003	0,09907	85,5	430	311760	775,2	3910	1,9
			Mittel:	**71.3**	**360**	**321010**	**780,9**	**3940**	**2.3**
4 G 28 mm ⌀ gezogen	2 St. bei 650° ausgeglüht und an der Luft abgekühlt	1,003	0,09907	85,5	430	327170	803,7	4060	3.2
		1,008	0,10056	85,5	430	290860	809,4	4020	3.0
			Mittel:	**85.5**	**430**	**309020**	**806,6**	**4040**	**3.1**
3 × G 24 mm ⌀ gezogen		1,005	0,09966	85,5	430	318530	798,0	4000	2.7
		1,008	0,10056	57,0	280	362790	792,3	3940	2,7
			Mittel:	**71.3**	**310**	**340660**	**795,2**	**3470**	**2.7**
4 × G 24 mm ⌀ gezogen		1,002	0,09877	57,0	290	349060	786,6	3980	2.4
		1,006	0,09996	57,0	290	337400	786,6	3930	2,4
			Mittel:	**57,0**	**290**	**343230**	**786,6**	**3960**	**2,4**
4 A 29,9 mm ⌀ abgerollt		1,000	0,09818	57,0	290	351860	786,6	4010	2,6
		1,008	0,10056	114,0	570	321330	798,0	3970	2,6
			Mittel:	**86.0**	**430**	**336600**	**792,3**	**3990**	**2.6**

Digitized by Google

f) Verdrehungsversuche[1].

Für diese Versuche wurden ebenfalls Proben aus jedem Verarbeitungszustand (gepreßt, gezogen und abgerollt) verwandt. Sie wurden einmal im Zustand der Einlieferung ins Amt, das andere Mal nach zweistündigem Ausglühen bei 650° mit nachfolgender Luftabkühlung

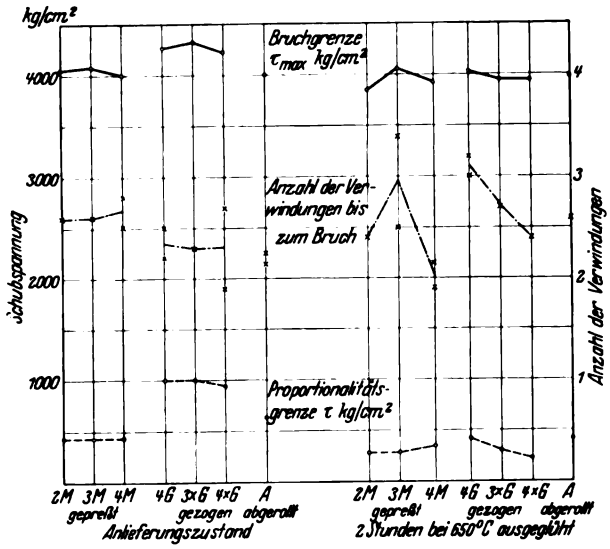


Abb. 51. Verdrehungsversuche mit Material E (Tabelle 37).

geprüft. Die Ergebnisse sind in Tabelle 37 zusammengestellt und in Abb. 51 graphisch aufgetragen.

Nach Tabelle 37 und Abb. 51 weist das kaltgezogene Material höhere Werte für die Proportionalitätsgrenze und Bruchgrenze auf als das gepreßte; zwischen beiden liegt das abgerollte Material. Nach dem Ausglühen bei 650° weisen alle Materialien annähernd gleiche Festigkeitswerte beim Verdrehungsversuch auf. Die Anzahl der Verwindungen bis zum Bruch schwankt, namentlich bei den ausgeglühten Materialien, innerhalb recht weiter Grenzen.

g) Kerbschlagversuche.

Für die Kerbschlagversuche wurden Proben aus den Stangen 1 M, 2 M, 4 M, 3 G, 2 × G, 4 × G und 2 A verwandt. Die Probestäbe wurden teils im Zustand der Einlieferung ins Amt, teils nach dem Anlassen und Ausglühen bei verschiedenen Wärmegraden geschlagen. Die Abkühlung erfolgte teils an der Luft, teils im Wasser von Zimmerwärme. Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle 38 zusammengestellt und in Abb. 52 graphisch aufgetragen.

Aus Tabelle 38 und Abb. 52 geht folgendes hervor: Die gepreßte Stange 1 M mit dem geringsten Durchmesser (11,8 mm) weist die geringsten Werte für die spez. Schlagarbeit auf. Mit steigender Anlaßhitze steigt die spez. Schlagarbeit ganz allmählich an; nach dem Abschrecken von 750° ist sie immer noch höher als im Anlieferungszustand, aber niedriger als nach dem Glühen von 550° aufwärts.

Die anderen gepreßten Stangen 2 M und 4 M weisen im Anlieferungszustand und nach dem Ausglühen zum Teil erheblich höhere Werte für die spez. Schlagarbeit auf als Material 1 M; nach dem Abschrecken liegen die Werte für 4 M erheblich tiefer als für 2 M. Die gezogenen Stangen 3 G, 2 × G und 4 × G weisen ziemlich schwankende Werte auf, teils liegen sie über den Werten der gepreßten Stangen, teils darunter. Nach dem Abschrecken weisen sie von allen Stangen die niedrigsten Werte für die spez. Schlagarbeit auf.

Die abgerollte Stange 2 A liegt zwischen den anderen Stangen.

h) Kugeldruckversuch.

1. Zur Verwendung gelangten die gleichen Proben, die zu den Kerbschlagversuchen verwendet waren. Der Kugeldurchmesser betrug 5 mm, die Belastung 200 kg, die Belastungsdauer 30 Sek. Die Eindrücke wurden auf den vorher geschliffenen Flachseiten der Probestäbe erzeugt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 39 zusammengestellt und in Abb. 53 graphisch aufgetragen. Aus Tabelle 39 und Abb. 53 geht folgendes hervor:

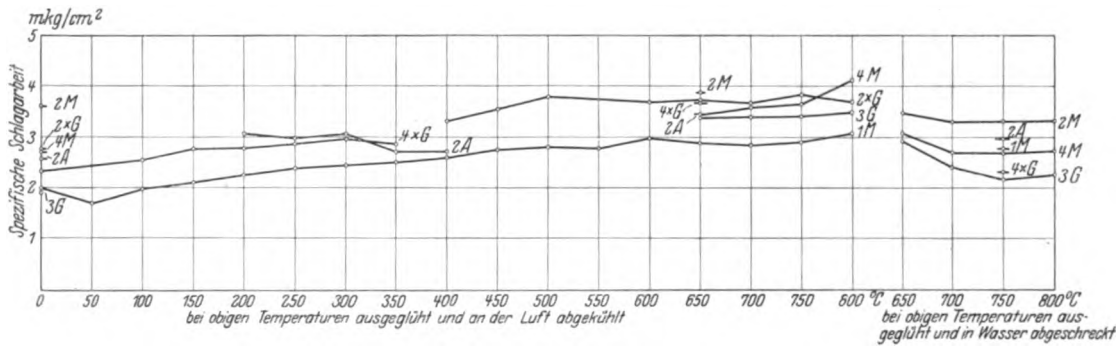


Abb. 52. Kerbschlagversuche mit Material E (Tabelle 38).

Die Kugeldruckhärte der gezogenen Stangen ist erheblich höher als die der gepreßten und abgerollten. Durch Anlassen bzw. Ausglühen bei steigenden Wärmegraden sinkt die Härte sämtlicher Proben. Von etwa 650° Glühtemperatur an haben alle Proben annähernd die gleiche Härte. Die Härte der abgeschreckten Proben nimmt allmählich mit steigender Abschrecktemperatur wieder zu.

2. Zur Feststellung, ob innerhalb der Querschnitte der verschiedenen Materialien wesentliche Härteunterschiede bestehen, wurden folgende Versuche ausgeführt. Von sämtlichen Rundstangen wurden Scheiben abgeschnitten und auf den blankgeschliffenen Querschnitts-

[1] Über die Durchführung der Verdrehungsversuche siehe III. Teil (Anhang), Seite 56.

Digitized by Google

Tabelle 38.

Kerbschlagversuche mit Material E in verschiedenen Zuständen der Wärmebehandlung (Abb. 52).

Zustand des Materials		Gepreßt						Gezogen						Abgerollt	
		1 M Spezifische Schlagarbeit		2 M Spezifische Schlagarbeit		4 M Spezifische Schlagarbeit		3 G Spezifische Schlagarbeit		2×G Spezifische Schlagarbeit		4×G Spezifische Schlagarbeit		2 A Spezifische Schlagarbeit	
		Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²	Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²	Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²	Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²	Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²	Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²	Einzelwerte mkg/cm²	Mittel mkg/cm²
Anlieferungszustand		1,98 1,93 2,03	**1,98**	4,08 3,15 3,64	**3,62**	2,70 2,74 2,72	**2,72**	1,90 1,93 1,88	**1,90**	2,66 2,92 2,68	**2,75**	2,22 2,34 2,38	**2,31**	2,52 3,01 2,20	**2,58**
2 St. bei nebenstehenden Temperaturen angelassen und an der Luft abgekühlt	50°	1,72 1,72 1,66	**1,70**	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	100°	1,96 1,92 2,08	**1,99**	—	—	—	—	—	—	—	—	2,35 2,54 2,74	**2,54**	—	—
	150°	2,12 2,02 2,16	**2,10**	—	—	—	—	—	—	—	—	2,86 2,68 2,72	**2,75**	—	—
	200°	2,21 2,35 2,23	**2,26**	—	—	—	—	—	—	—	—	2,76 2,71 2,84	**2,77**	3,16 3,05 2,93	**3,05**
	250°	2,45 2,40 2,31	**2,39**	—	—	—	—	—	—	—	—	2,87 2,87 2,90	**2,88**	3,06 3,15 2,75	**2,99**
	300°	2,41 2,45 2,44	**2,43**	—	—	—	—	—	—	—	—	3,00 2,95 3,01	**2,99**	3,03 3,04 3,08	**3,05**
	350°	2,53 2,40 2,55	**2,49**	—	—	—	—	—	—	—	—	2,89 2,69 2,94	**2,84**	2,73 2,77 2,59	**2,70**
	400°	2,55 2,56 2,66	**2,59**	—	—	—	—	—	—	3,36 3,37 3,20	**3,31**	—	—	2,82 2,79 2,49	**2,70**
	450°	2,79 2,81 2,72	**2,77**	—	—	—	—	—	—	3,45 3,61 3,62	**3,56**	—	—	—	—
	500°	2,85 2,80 2,75	**2,80**	—	—	—	—	—	—	3,80 3,81 3,82	**3,81**	—	—	—	—
	550°	2,91 2,81 2,65	**2,79**	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	600°	3,04 2,93 3,00	**2,99**	—	—	—	—	—	—	3,72 3,60 3,78	**3,70**	—	—	—	—
	650°	2,89 2,81 2,97	**2,89**	4,39 3,91 3,35	**3,88**	3,08 3,72 3,52	**3,44**	3,63 3,36 3,13	**3,37**	3,62 3,71 3,79	**3,71**	3,72 3,52 3,81	**3,68**	3,45 3,31 3,56	**3,44**
	700°	3,08 2,67 2,83	**2,86**	—	—	3,60 3,52 3,69	**3,60**	3,21 3,58 3,42	**3,40**	3,71 3,52 3,80	**3,68**	—	—	—	—
	750°	2,83 2,94 2,93	**2,90**	—	—	3,49 3,93 3,60	**3,67**	3,55 3,33 3,35	**3,41**	4,03 3,84 3,66	**3,84**	—	—	—	—
	800°	3,09 2,97 3,16	**3,07**	—	—	3,96 4,24 4,23	**4,14**	3,47 3,50 3,46	**3,48**	3,59 3,61 3,88	**3,70**	—	—	—	—
2 St. bei nebenstehenden Temperaturen angelassen und dann in Wasser abgeschreckt	650°	—	—	3,35 3,97 3,16	**3,49**	2,96 3,03 3,17	**3,05**	2,67 3,05 3,09	**2,94**	—	—	—	—	—	—
	700°	—	—	3,00 3,37 3,54	**3,30**	2,59 2,67 2,77	**2,68**	2,42 2,55 2,29	**2,42**	—	—	—	—	—	—
	750°	2,46 3,15 2,74	**2,78**	2,73 3,73 3,46	**3,31**	2,68 2,70 2,76	**2,71**	2,21 2,37 1,44	**2,17**	—	—	2,43 2,21 2,30	**2,31**	3,14 2,82 2,97	**2,98**
	800°	—	—	3,43 3,74 2,80	**3,32**	2,68 2,70 2,75	**2,71**	2,27 2,27 2,23	**2,26**	—	—	—	—	—	—

Digitized by Google

Tabelle 39.

Kugeldruckhärte (Brinell) von Material E in verschiedenen Zuständen der Wärmebehandlung (Abb. 53).

Zustand des Materials		Gepreßt						Gezogen						Abgerollt	
		1 M Brinellhärte H		2 M Brinellhärte H		4 M Brinellhärte H		3 G Brinellhärte H		2 × G Brinellhärte H		4 × G Brinellhärte H		2 A Brinellhärte H	
		Einzelwerte kg/cm²	Mittel kg/cm²	Einzelwerte kg/cm²	Mittel kg/cm²	Einzelwerte kg/cm²	Mittel kg/cm²	Einzelwerte kg/cm²	Mittel kg/cm²	Einzelwerte kg/cm²	Mittel kg/cm²	Einzelwerte kg/cm²	Mittel kg/cm²	Einzelwerte kg/cm²	Mittel kg/cm²
Anlieferungszustand		104,8 103,7 103,5	**104,0**	82,1 80,5 80,1	**80,9**	92,2 91,5 89,1	**90,9**	133,2 133,4 133,2	**133,3**	122,6 123,9 120,3	**122,3**	137,2 137,1 139,3	**137,9**	99,0 96,7 98,1	**97,9**
2 St. bei nebenstehenden Temperaturen angelassen und an der Luft abgekühlt	50°	104,6 106,0 104,8	**105,1**	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	100°	99,1 98,2 99,2	**98,8**	—	—	—	—	—	—	—	—	134,7 135,9 135,1	**135,2**	—	—
	150°	98,4 96,9 99,7	**98,3**	—	—	—	—	—	—	—	—	133,9 133,6 134,9	**134,1**	—	—
	200°	97,0 97,3 99,5	**97,9**	—	—	—	—	—	—	—	—	117,9 117,3 118,8	**118,0**	93,9 93,6 94,2	**93,9**
	250°	101,4 98,7 91,5	**97,2**	—	—	—	—	—	—	—	—	114,5 115,0 114,1	**114,5**	90,4 89,0 88,4	**89,3**
	300°	96,1 96,9 92,2	**95,1**	—	—	—	—	—	—	—	—	108,6 108,6 109,2	**108,8**	88,5 89,7 87,9	**88,7**
	350°	92,6 91,1 90,7	**91,5**	—	—	—	—	—	—	—	—	101,5 102,0 102,6	**102,0**	87,6 87,8 88,1	**87,8**
	400°	87,3 92,2 89,9	**89,8**	—	—	—	—	—	—	102,7 101,4 102,1	**102,1**	—	—	86,4 87,0 86,7	**86,7**
	450°	86,1 80,8 85,6	**84,2**	—	—	—	—	—	—	94,4 94,6 95,2	**94,7**	—	—	—	—
	500°	84,3 85,9 84,1	**84,8**	—	—	—	—	—	—	90,0 90,7 90,1	**90,3**	—	—	—	—
	550°	84,5 83,7 83,9	**84,0**	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	600°	76,7 79,4 77,4	**77,8**	—	—	—	—	—	—	76,9 78,1 78,0	**77,7**	—	—	—	—
	650°	78,5 77,2 79,9	**78,5**	75,0 76,5 77,2	**76,2**	71,1 77,1 79,0	**75,7**	80,5 80,0 79,8	**80,1**	77,5 76,9 77,7	**77,3**	79,2 78,1 79,6	**79,0**	85,2 85,9 84,6	**85,2**
	700°	74,6 75,7 73,3	**74,5**	—	—	75,8 79,3 73,5	**76,2**	77,1 77,4 77,6	**77,4**	76,9 77,6 76,5	**77,0**	—	—	—	—
	750°	77,2 73,1 75,7	**75,3**	—	—	76,8 77,4 79,8	**78,0**	77,6 77,2 77,5	**77,4**	76,8 77,5 76,3	**76,9**	—	—	—	—
	800°	73,0 76,0 75,5	**74,8**	—	—	76,5 76,3 76,9	**76,6**	76,0 76,6 76,5	**76,4**	77,0 76,7 76,6	**76,8**	—	—	—	—
2 St. bei nebenstehenden Temperaturen angelassen und dann in Wasser abgeschreckt	650°	—	—	94,0 91,9 92,7	**92,9**	96,1 95,8 96,5	**96,1**	92,2 92,5 91,9	**92,2**	—	—	—	—	—	—
	700°	—	—	107,0 105,1 107,8	**106,6**	105,2 105,1 104,7	**105,0**	95,7 96,2 95,2	**95,7**	—	—	—	—	—	—
	750°	97,0 97,8 96,1	**97,0**	102,1 101,6 102,4	**102,0**	107,0 103,6 105,5	**105,4**	95,9 98,7 98,2	**97,6**	—	—	99,4 99,7 100,2	**99,8**	103,7 105,9 104,9	**104,8**
	800°	—	—	100,4 99,0 101,1	**100,1**	108,0 110,4 107,3	**108,6**	102,7 102,1 102,6	**102,5**	—	—	—	—	—	—

Digitized by Google

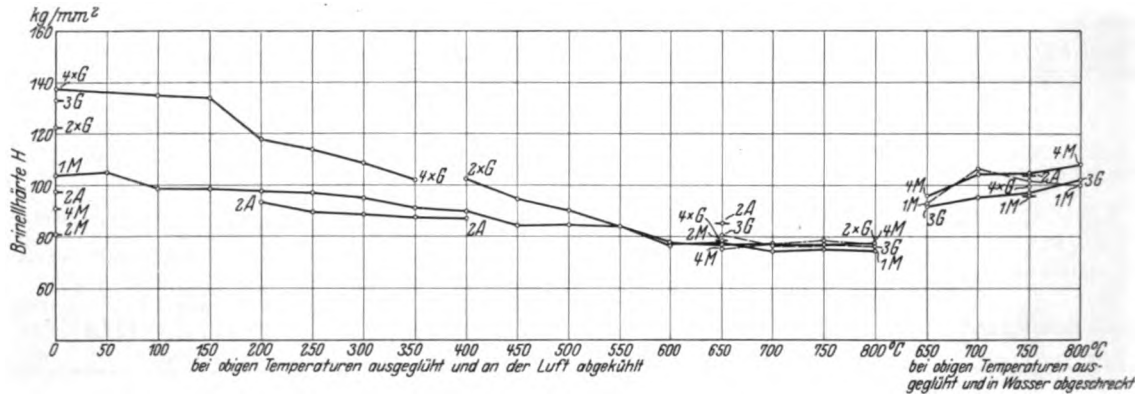


Abb. 53. Kugeldruckversuche (Brinellhärte) mit Material E (Tabelle 39).

flächen nach Maßgabe der Abb. 54 und 55 Kugeleindrucke in verschiedenen Abständen von dem Mittelpunkt der Scheiben hergestellt. Die Belastung betrug in allen Fällen $P = 62{,}5$ kg, die Belastungsdauer war 30 Sek. und der Kugeldurchmesser 2,5 mm.

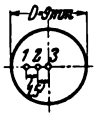
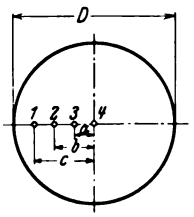


Abb. 54. Lage der Kugeleindrücke.

In Tabelle 40 sind die Versuchsergebnisse zusammengestellt. Die errechneten Brinellhärten (Einzelwerte) sind in Abbildung 56 graphisch aufgetragen.

Aus Tabelle 40 und Abb. 56 geht folgendes hervor:

a) Die gepreßten Stangen weisen innerhalb der Querschnitte nur unerhebliche Härteunterschiede auf, meist findet sich ein kleiner Anstieg der Härte zwischen Mitte



D	a	b	c
12	1,5	3,0	4,5
24	3,5	6,5	9,5
28	4,0	7,5	11,5
30	4,0	8,0	12,0
36	5,0	9,5	15,0

Maße in Millimeter.

Abb. 55. Lage der Kugeleindrücke in den verschiedenen Querschnitten.

und Rand der Stange, bei Material 4 M sinkt die Härte regelmäßig vom Rand nach der Mitte zu ab.

b) Bei den gezogenen Stangen ist der Härteunterschied zwischen Rand und Mitte sehr beträchtlich. Der

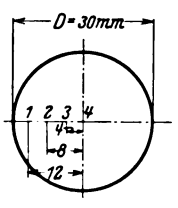


Abb. 57. Lage der Kugeleindrücke (2 × 7).

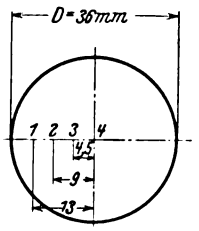


Abb. 58. Lage der Kugeleindrücke (2 A).

Abfall der hohen Randhärte nach der Mitte zu ist bei Material 3 G sehr schroff, bei den anderen Materialien mehr allmählich.

c) Bei den abgerollten Stangen wird durch das Abrollen eine schwache Stauchung bewirkt. Diese Stauchung scheint nach den Härteversuchen in der Hauptsache die Oberfläche der Stangen zu beeinflussen, wenigstens ist die Härte am Rande der Stangen 2 A bis 4 A erheblich höher als mehr nach der Mitte zu.

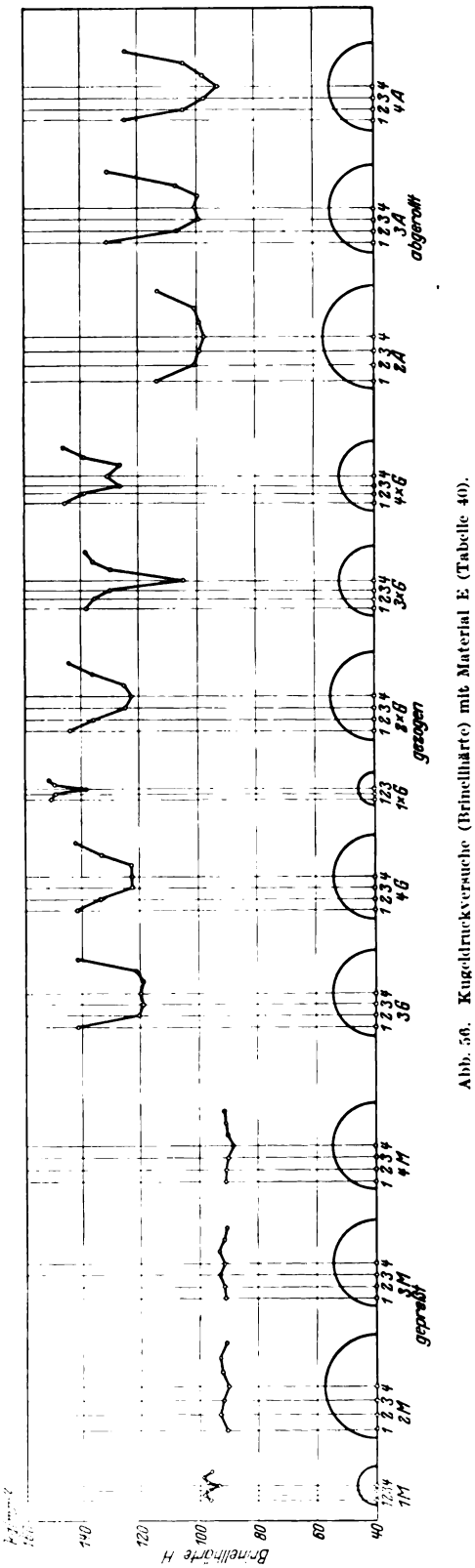


Abb. 56. Kugeldruckversuche (Brinellhärte) mit Material E (Tabelle 40).

Digitized by Google

Tabelle 40. Kugeldruckhärte (Brinell) von Material E an verschiedenen Stellen der Querschnitte ermittelt (Abb. 56).

Material	Zustand	Lage der Eindrucke Abbildungen	Eindruck Nummer	Kugeldruckhärte $H = \frac{P}{O}$ Einzelwerke kg/mm²	Mittel kg/mm²
1 M (11,8 mm ⌀)	gepreßt	55	1	96,3	96,2
			2	98,1	
			3	97,4	
			4	92,8	
2 M (35,9 mm ⌀)			1	90,7	91,9
			2	93,3	
			3	92,7	
			4	90,7	
3 M (29,7 mm ⌀)			1	91,3	92,1
			2	91,9	
			3	93,3	
			4	91,9	
4 M (29,7 mm ⌀)			1	91,5	90,6
			2	91,2	
			3	90,7	
			4	88,9	
3 G (28 mm ⌀)	gezogen	55	1	142	126
			2	121	
			3	119	
			4	120	
4 G (28 mm ⌀)			1	142	130
			2	133	
			3	123	
			4	123	
1 × G (9,0 mm ⌀)		54	1	150	146
			2	149	
			3	138	
2 × G (30 mm ⌀)		55	1	144	132
			2	136	
			3	125	
			4	123	
3 × G (24 mm ⌀)			1	138	135
			2	136	
			3	130	
			4	115	
4 × G (24 mm ⌀)			1	146	136
			2	139	
			3	127	
			4	132	
2 A (36,1 mm ⌀)	abgerollt	55	1	114	103
			2	101	
			3	99,2	
			4	98,3	
3 A (29,9 mm ⌀)			1	131	110
			2	107	
			3	100	
			4	101	
4 A (29,9 mm ⌀)			1	125	106
			2	105	
			3	98,3	
			4	93,9	

3. Schließlich wurden noch Härtebestimmungen mit Material 2 × G und 2 A nach dem Anlassen bei steigenden Temperaturen durchgeführt. Die Härte wurde wie oben in verschiedenen Abständen von der Stangenmitte bestimmt. Die Lage der Kugeleindrucke ist aus den Abb. 57 und 58 ersichtlich. Die Belastung war ebenfalls $P = 62{,}5$ kg bei 30 Sek. Belastungsdauer und 2,5 mm Kugeldurchmesser. Die Versuchsergebnisse sind

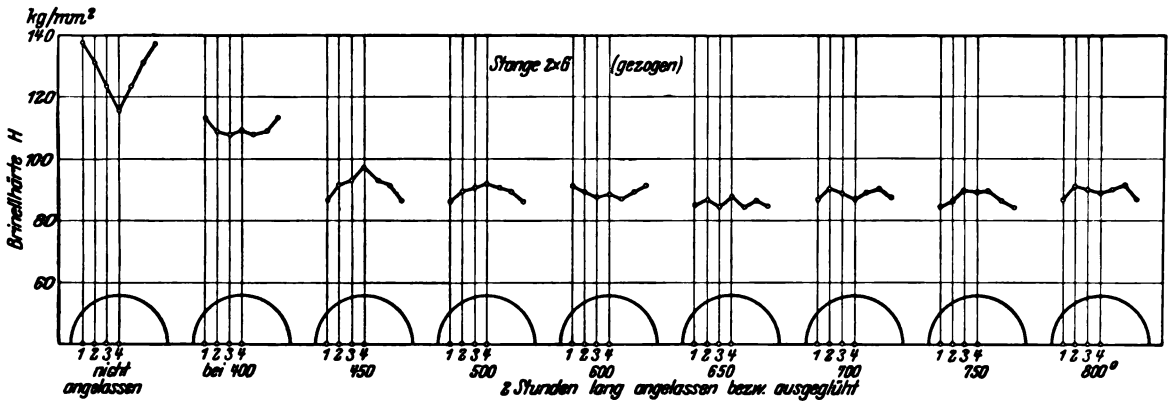
Tabelle 41. Kugeldruckhärte (Brinell) von Material E nach dem Anlassen bei steigenden Wärmegraden an verschiedenen Stellen des Querschnittes ermittelt (Abb. 59).

Material	Zustand	Lage der Eindrücke Abbildungen	Eindruck Nummer	Kugeldruckhärte $H = \frac{P}{O}$ Einzelwerke kg/mm²	Mittel kg/mm²
2 × G gezogen	2 St. bei nebenstehenden Temperaturen angelassen —	57	1	137	127
			2	131	
			3	123	
			4	115	
	400°		1	113	110
			2	109	
			3	108	
			4	109	
	450°		1	86,6	92,1
			2	91,7	
			3	93,2	
			4	96,8	
	500°		1	86,4	89,7
			2	89,7	
			3	90,7	
			4	91,8	
	600°		1	91,3	89,4
			2	89,5	
			3	87,9	
			4	88,9	
	650°		1	85,6	86,6
			2	86,6	
			3	85,6	
			4	88,7	
	700°		1	87,2	88,6
			2	90,6	
			3	89,3	
			4	87,3	
	750°		1	84,5	87,6
			2	86,3	
			3	89,9	
			4	89,8	
	800°		1	86,6	89,5
			2	91,7	
			3	90,0	
			4	89,2	
2 A abgerollt	2 Stunden bei nebenstehenden Temperaturen angelassen —	58	1	89,5	91,0
	200°		2	88,9	
			3	89,9	
			4	95,8	
	250°		1	98,6	95,7
			2	91,4	
			3	90,7	
			4	102,0	
	300°		1	96,9	93,8
			2	91,9	
			3	91,2	
			4	95,1	
	350°		1	95,0	92,6
			2	93,0	
			3	90,6	
			4	91,9	
	400°		1	95,4	95,7
			2	90,6	
			3	92,6	
			4	104,0	

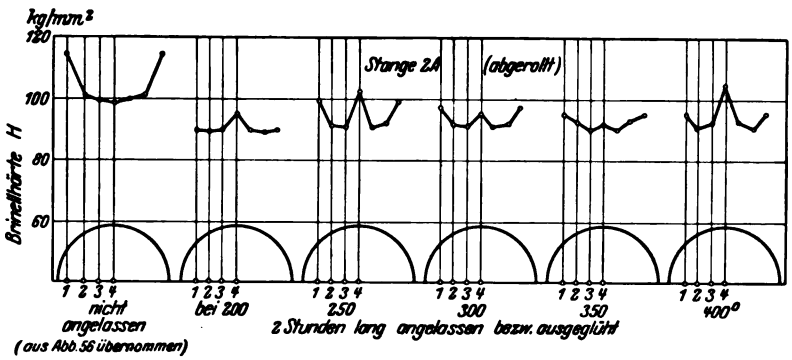
Digitized by Google

in Tabelle 41 zusammengestellt und in Abb. 59 graphisch aufgetragen.

Aus Tabelle 41 und Abb. 59 ergibt sich folgendes:



2 × G (gezogen).



2 A (abgerollt).

Abb. 59. Kugeldruckversuche (Brinellhärte) mit Material E (Tabelle 41).

a) Die Härtekurve der nicht angelassenen Probe aus Stange 2 × G zeigt den gleichen Verlauf wie früher (s. Tabelle 40 und Abb. 56).

b) Anlassen bei 400° verminderte zwar die Härte des Materials 2 × G namentlich in den Randschichten beträchtlich, der Tiefstwert der Härte wurde jedoch erst bei Anlaßhitzen von 450° an aufwärts erreicht. Die Einzelwerte weisen auch hier Schwankungen auf, insbesondere ist das Maximum der Härte im Kern der bei 450° angelassenen Probe auffallend.

c) Bei Stange 2 A (abgerollt) wird bereits bei 200° Anlaßhitze der Tiefstwert der Härte erreicht. Die bei höheren Anlaßhitzen auftretenden Schwankungen sind zum Teil recht erheblich; auch hier fällt auf, daß bei einigen Proben die Härte im Kern der Probe höher ist als am Rand, während bei der nicht angelassenen Probe die Randschicht die höchste Härte zeigte.

II. Teil.

Zusammenfassung der Ergebnisse.

1. Chemische Zusammensetzung.

Die von den Werken gemachten Angaben über die chemische Zusammensetzung sind für jedes Material unter „Probenmaterial" bereits mitgeteilt. Zur Nachprüfung, inwieweit diese Angaben mit der Zusammensetzung der zu den Festigkeitsuntersuchungen tatsächlich verwendeten Materialien übereinstimmen, wurden im K.-W. Inst. für Metallforschung Kontrollanalysen ausgeführt. In Tabelle 42 sind die Ergebnisse der Kontrollanalysen den Werksangaben gegenübergestellt und in Abb. 60 graphisch aufgetragen[1].

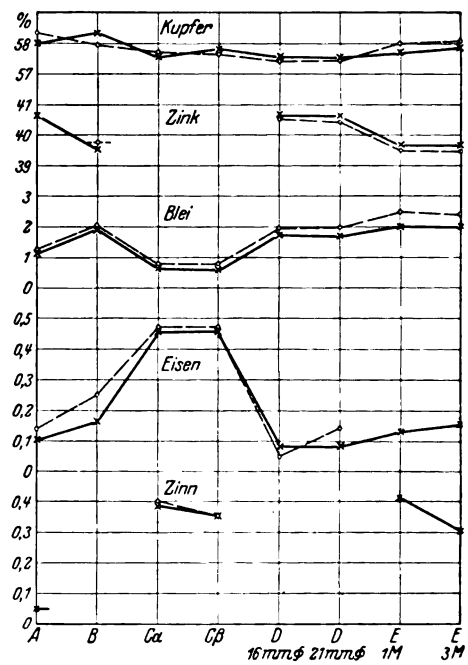


Abb. 60. Analysenergebnisse.
○ – – – ○ Werksanalyse. × ——— × K.-W.-I.-Analyse.

Im allgemeinen stimmen die Werksanalysen mit den Analysen des K.-W.-Inst. überein. Beim Eisen (Material A und B) sind kleine Unterschiede vorhanden.

[1] In Abb. 60 sind die Analysen des Bleches C nicht mit aufgetragen, da es sich bei diesem Material nicht um MS 58, sondern um eine andere Messingqualität handelt.

Digitized by Google

Tabelle 42. Chemische Zusammensetzung der verschiedenen Materialien.

Material	Analyse[1] ausgeführt im	Kupfer %	Zink %	Blei %	Eisen %	Zinn %	Nickel %	Aluminium %	Mangan %	Arsen %
A	W	58,36	Rest	1,24	0,14	Spur	—	—	—	—
	K.-W.-I.	58,00	40,68	1,14	0,10	0,05	Spur	—	—	—
B	W	57,95	39,75	2,05	0,25	—	—	—	—	—
	K..W.-I.	58,32	39,55	1,92	0,16	Spur	—	—	—	—
C	W	57,70	Rest	0,74	0,47	0,40	—	—	—	0,05
	K.-W.-I.	57,59	Rest	0,66	0,46	0,39	0,04	—	—	—
C	W	57,66	Rest	0,77	0,47	0,35	—	—	—	0,05
	K.-W.-I.	57,81	Rest	0,58	0,46	0,35	0,04	—	—	0,05
C (Blech)	W	60,08	Rest	0,70	0,37	0,38	—	0,08	0,15	0,04
	K.-W.-I.	60,17	Rest	0,56	0,36	0,38	0,07	0,14	0,23	—
D 10 mm ⌀	W	57,44	40,58	1,93	0,05	—	—	—	—	—
	K.-W.-I.	57,56	40,62	1,74	0,08	—	0,06	—	—	—
D 21 mm ⌀	W	57,43	40,43	1,98	0,14	—	—	—	—	—
	K.-W.-I.	57,53	40,64	1,67	0,08	—	0,06	—	—	—
$E_{1\,M}$	W	58,00	39,50	2,50	—	—	—	—	—	—
	K.-W.-I.	57,74	39,66	2,01	0,13	0,41	Spur	—	—	—
$E_{3\,M}$	W	58,10	39,50	2,40	—	—	—	—	—	—
	K.-W.-I.	57,88	39,70	2,00	0,15	0,30	Spur	—	—	—

Da die chemische Bestimmung des Eisens im Messing keine Schwierigkeiten bereitet, so dürften diese Unterschiede mit ungleichmäßiger Verteilung des Eisens im Material zusammenhängen. Auffallend ist, daß die Bleibestimmungen des K.-W.-Inst. durchgängig niedrigere Werte ergeben haben als die Werksanalysen. Es wäre nachzuprüfen, ob dieser Umstand auf Anwendung verschiedener Arbeitsmethoden oder auf Seigerungen zurückzuführen ist.

Die im K.-W.-Inst. gefundenen Kupfergehalte liegen teils über, teils unter den Angaben der Werke, die Unterschiede sind, vielleicht mit Ausnahme von Material A und B, nicht erheblich.

Da das Pressen und Ziehen der Stangen im laufenden Betrieb ohne jede Schwierigkeit vonstatten gegangen war, so scheinen Gehalte an Eisen bis zu 0,46% (Material C) und an Zinn bis zu 0,41% (Material E) auf den Arbeitsvorgang ohne nachteilige Folge zu sein.

Die Werkstoffnormen (DIN 1709 Bl. 1) lassen Bleigehalte bis zu 2% Pb zu; nach unten ist der Bleigehalt nicht begrenzt. Bei den im K.-W.-Inst. untersuchten Materialien MS 58 fanden sich folgende Bleigehalte:

Material	C	0,58 bis 0,66	im	Mittel	0,62%
„	A	1,14	„	„	1,14%
„	D	1,67 bis 1,74	„	„	1,70%
„	B	1,92	„	„	1,92%
„	E	2,0 bis 2,1	„	„	2,05%.

Die Bleigehalte schwanken hiernach in weiten Grenzen.

2. Bearbeitbarkeit.

Der Zweck des Bleizusatzes ist in erster Linie der, die Bearbeitbarkeit des Materials durch schnellaufende, schneidende Werkzeuge zu verbessern. Nach obigen Analysen scheint jedoch die Praxis selbst sich über die Höhe des hierzu erforderlichen Bleigehaltes nicht im klaren zu sein. Vielfach kommen z. B. aus der Praxis Klagen, daß bei ein und demselben Messing (mit stets gleichbleibendem Bleigehalt) das eine Mal die Bearbeitbarkeit sehr gut, das andere Mal weniger gut sei. Die Ursache für dieses verschiedene Verhalten kann nicht in der chemischen Zusammensetzung des Messings liegen, vermutlich spielt der Gefügeaufbau hierbei auch eine Rolle (s. S. 44).

Die Herstellung der Probestäbe für die Festigkeitsversuche usw. im Staatl. Materialprüfungsamt geschah auf gewöhnlichen Werkzeugmaschinen (Drehbank, Hobelmaschine usw.). Ein Unterschied in der Bearbeitbarkeit der verschiedenen Materialien wurde dabei nicht beobachtet.

3. Erstarrungs- und Umwandlungstemperatur.

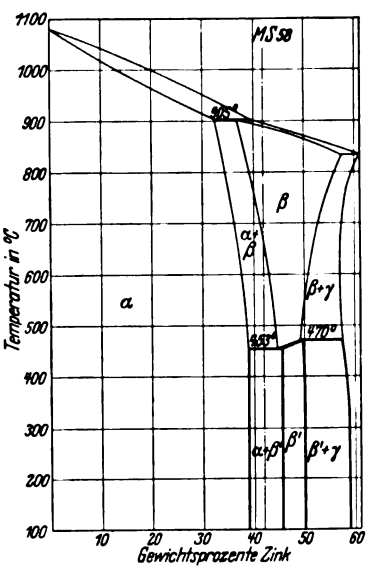


Abb. 61. Teil des Erstarrungs- und Umwandlungsschaubildes der Zink-Kupfer-Legierungen.
Nach O. Bauer und M. Hansen.

Nach dem Erstarrungs- und Umwandlungsschaubild der Zink-Kupfer-Legierungen (Abb. 61) liegt der Erstarrungspunkt einer reinen Zink-Kupfer-Legierung mit 58% Cu bei etwa 895° und der $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlungspunkt bei 453°. Bei den verschiedenen Legierungen

[1] W = Werksanalyse; K.-W.-I. = K.-W.-Inst. für Metallforschung.

Digitized by Google

wurden mit steigenden Bleigehalten folgende Temperaturen für den Beginn der Erstarrung, für die $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlung und für das Ende der Erstarrung gefunden:

Material	Bleigehalt %	Beginn der Erstarrung C°	Umwandlung $\beta \rightarrow \beta'$ C°	Ende der Erstarrung C°
C	0,62	885	445	—
A	1,14	880	442	etwa 326
D	1,70	881	450	„ 326
B	1,92	884	443	„ 326
E	2,05	884	453	„ 326

Hiernach liegt der Beginn der Erstarrung um 10 bis 15° niedriger als bei einer aus chemisch-reinen Metallen erschmolzenen Legierung mit 42% Zn und 58% Cu. Ein steigender Bleigehalt (bis zu etwa 2% Pb) scheint auf den Beginn der Erstarrung ohne wesentlichen Einfluß zu sein, auch die $\beta \rightarrow \beta'$-Umwandlung wurde kaum durch den Bleigehalt beeinflußt, da die gefundenen Temperaturunterschiede noch innerhalb der Versuchsfehlergrenzen liegen.

Das Ende der Erstarrung bei 326° entspricht dem Festwerden des praktisch im Messing völlig unlöslichen Bleies. Beim Wiedererhitzen wird das Blei bei der gleichen Temperatur flüssig. Das Flüssigwerden eines Anteiles der Legierung bei 326° gibt die Erklärung dafür, daß bei Festigkeitsversuchen bei höheren Temperaturen zwischen 300 und 350° stets ein deutlicher Knick auftritt.

4. Kleingefüge.

Das Kleingefüge einer erstarrten Legierung mit 42% Zink und 58% Kupfer besteht aus α- und β'-Misch-

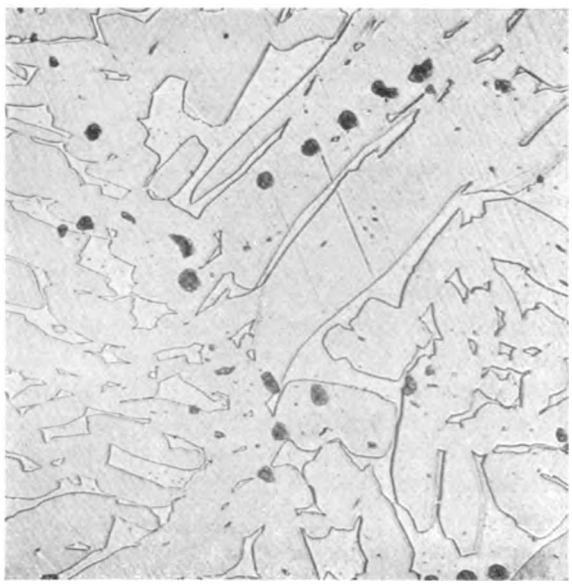


Abb. 62. Material B, umgeschmolzen (1,92% Pb).

kristallen. Bei der Erstarrung scheidet sich zunächst der reine β-Mischkristall aus, bei etwa 660° (s. Abb. 61) setzt bei bleifreien Zink-Kupfer-Legierungen die α-Ausscheidung aus dem bereits erstarrten β-Mischkristall ein und bei 453° geht die Umwandlung $\beta \rightarrow \beta'$ vor sich.

In den gepreßten, gezogenen und gerichteten Materialien ist Blei, trotzdem es keine Mischkristallbildung eingeht, im Gefüge nicht deutlich zu erkennen. Vermutlich werden die weichen Bleikristalliten durch die starke Verformung des Gußgefüges beim Pressen, Ziehen usw. so fein verteilt und aufgerieben, daß sie nur noch als dünne Häute vorhanden sind. Schmilzt man aber ein bleihaltiges Messing um und läßt die Schmelze langsam erstarren, so wird das Blei in Gestalt von rundlichen Einsprenglingen im Gefüge erkennbar. Abb. 62 zeigt in 300facher linearer Vergrößerung ein umgeschmolzenes Stück aus Material B. Die dunklen rundlichen Bleieinsprenglinge sitzen vorwiegend in der β-Grundmasse, vereinzelt auch in den α-Kristalliten. Nach Bauer und Hansen[1] läßt sich Blei noch bis herab zu 0,1% im ausgeglühten oder umgeschmolzenen und langsam abgekühlten Legierungen nachweisen. Dieser Gehalt liegt an der Grenze der mikroskopisch mit Sicherheit nachweisbaren Mengen.

5. Einfluß der Preßtemperatur auf die Ausbildung des Kleingefüges.

Geht die α-Ausscheidung aus dem β-Mischkristall ungehindert vor sich, so kristallisieren die α-Kristalliten nadlig und zackig. Beim Pressen hängt nach Hinzmann[2] die Ausbildung des Kleingefüges in hohem Maße von der Temperatur des Durchganges der Preßstange durch die Presse ab. In Tabelle 43 sind die mitgeteilten Preßtemperaturen der verschiedenen Materialien A bis E zusammengestellt.

Tabelle 43.

Material	Preßtemperatur in C°	Gefügeausbildung
A	keine Angabe	teils nadlig, teils körnig
B	650 bis 675°	dgl.
C	675°	grobnadlig, ins Körnige übergehend
D	730 bis 750°	feinnadlig
E 1 M	740°	wechselnd, teils nadlig, teils körnig
E 2 M	735°	
E 3 M	700°	
E 4 M	700°	

Die Zusammenstellung zeigt, daß in der Praxis die durchschnittliche Preßtemperatur eine recht verschiedene ist und daß dementsprechend auch die Gefügeausbildung starken Schwankungen unterworfen ist.

Nach Hinzmann[2] kann man vielfach in gepreßten Stangen von MS 58 drei Zonen mit verschiedenem Gefüge beobachten. Das erste Drittel (erste Zone) der Preßstange wird noch bei Temperaturen gepreßt, die der Gußbarren im Glühofen angenommen hatte, also bei etwa 720° im reinen β-Gebiet. Die Ausscheidung der α-Kristalliten aus dem β-Mischkristall erfolgt somit unbehindert nach beendeter Pressung: das Gefüge zeigt nach Hinzmann den üblichen nadligen Aufbau, eine Streckung der ausgeschiedenen Kristalliten ist nicht

[1] O. Bauer und M. Hansen: Der Einfluß von dritten Metallen auf die Konstitution der Messinglegierungen. Z. Metallkunde 1929, Heft 5, S. 145: Heft 6, S. 190.

[2] Dr.-Ing. R. Hinzmann: Die Wärmebehandlung und Gefügeausbildung von $\alpha + \beta'$-Messing. AEG-Mitt. Heft 8. 1927; ferner W. Schreiter: Die günstigste Preßtemperatur von $\alpha + \beta'$-Messing. Z. Metallkunde Bd. 18, S. 285. 1925.

Digitized by Google

Tabelle 44.

Material	Stange	Gefüge	Abb.	Zone in der Preßstange
A	Nr. 2 gepreßt	nadlig	—	erste Zone
	Nr. 1 gepreßt und gezogen	nadlig	1	erste Zone
	Nr. 3 gepreßt, gezogen und gerichtet	rundlich, körnig	3	dritte Zone
B	19 mm Sechskant	teils körnig, teils nadlig	7	zweite Zone
C	C α gepreßt	teils körnig, teils nadlig	15	zweite Zone
	C β gepreßt und gezogen	teils körnig, teils nadlig	16	zweite Zone
D	1a gepreßt	feinnadlig	24	erste Zone
	1b gepreßt	teils körnig, teils nadlig	—	zweite Zone
	2a gezogen	feinnadlig	—	erste Zone
	2b gezogen	körnig	—	dritte Zone
	3a gezogen u. abgerollt	teils körnig, teils nadlig	25	zweite Zone
	3b gezogen u. abgerollt	feinnadlig	—	erste Zone
E	1 M gepreßt	teils körnig, teils nadlig	—	zweite Zone
	2 M gepreßt	nicht untersucht	—	—
	3 M gepreßt	teils körnig, teils nadlig	35	zweite Zone
	4 M gepreßt	nicht untersucht	—	—
	3 G gezogen	körnig	37	dritte Zone
	4 G gezogen	nicht untersucht	—	—
	1 × G gezogen	teils nadlig, teils körnig	38	zweite Zone
	2 × G gezogen	körnig	—	dritte Zone
	3 × G gezogen	nicht untersucht	—	—
	4 × G gezogen	nicht untersucht	—	—
	2 A abgerollt	körnig	—	dritte Zone
	3 A abgerollt	körnig	39	dritte Zone
	4 A abgerollt	körnig	—	dritte Zone

vorhanden. Nach neueren Untersuchungen von Bauer und Hansen[1] wird durch Bleizusatz die Temperatur des Beginns der α-Ausscheidung aus dem β-Mischkristall für konstanten Kupfergehalt von 58% beträchtlich erhöht; die Erhöhung durch 2% Blei beträgt etwa 90°. Das Verpressen hat demnach bei hochbleihaltigen Messingen, sofern es im β-Gebiet vorsichgehen soll, bei höheren Temperaturen zu erfolgen als bei bleiarmen Sorten. Die Mitte der Preßstange wird nach Hinzmann infolge eingetretener Abkühlung in der Regel bereits bei einer Temperatur gepreßt, die an der Grenze der $\beta(\alpha + \beta)$-Grenzkurve liegt bzw. sie schon unterschritten hat. Je nach der Größe der Unterschreitung hat sich bereits eine mehr oder weniger große Menge von nadligem α gebildet, so daß bei der Pressung neben der Warmverformung der reinen β-Kristalliten teilweise auch eine Verformung bereits ausgeschiedener α-Kristalliten erfolgt. Gegen Ende der Pressung (dritte Zone) ist die Abkühlung des Preßbarrens meist schon so weit vorgeschritten, daß der Preßbarren bereits aus $\alpha + \beta$-Mischkristallen besteht. Beim Pressen werden die nadligen α-Kristalliten in kleinere Teile zerlegt, so daß das Gefüge aus mehr oder weniger rundlichen und körnigen α-Kristalliten, die in der β-Grundmasse eingebettet liegen, aufgebaut ist.

Hiernach würden die von den verschiedenen Preßstangen aufgenommenen Gefügebilder den in Tabelle 44 angegebenen Zonen der betreffenden Stangen entsprechen.

6. Nachprüfung des Einflusses der Preßtemperatur auf Gefüge und Festigkeitseigenschaften von MS 58.

Es erschien wünschenswert nachzuprüfen, ob diese verschiedene Gefügeausbildung in den verschiedenen Abschnitten oder Zonen einer Preßstange mit Regelmäßigkeit wiederkehrt. Zu diesem Zweck wurden von dem Werk, das das Material E geliefert hatte, zwei weitere Messingstangen A′ und E′ aus MS 58 von je 1,5 m Länge und 27 mm ∅ eingesandt. Die Stangen waren aus einem Block gepreßt; der Abschnitt A′ entsprach dem Anfang der Preßstange, der Abschnitt E′ dem Ende.

Über die Herstellung der Preßstangen wurden noch folgende Angaben gemacht:

Gußbarren	= 180 mm ∅, 800 mm Länge
Preßtemperatur	= 700 bis 750° C
Preßdruck	= 150 at
Preßdauer	= 67 Sek.
Preßlänge	= 25 bis 26 m.

Die Abschnitte A′ und E′ unterschieden sich bereits rein äußerlich voneinander. Abschnitt A′ wies eine matte, dunkle Oberfläche auf, während Abschnitt E′ blank und hell war. In Abb. 63 sind Teile der beiden Preßstangen im Lichtbild wiedergegeben.

Abb. 64 zeigt in 200facher Vergrößerung das Gefüge vom Anfang (A′) der Stange. Nadlige α-Kristalliten liegen in der im Lichtbild dunkel erscheinenden β-Grundmasse.

Zu Beginn des Pressens ist hiernach die Temperatur hoch (etwa 750° im β-Gebiet) gewesen. Die Ausscheidung der α-Kristalliten hat erst eingesetzt, nachdem die Formgebung der Stange durch den Preßvorgang bereits erfolgt war, infolgedessen konnten sich die α-Kristalliten ungehindert in nadliger Form ausscheiden; das Gefüge zeigt keine bevorzugte Streckrichtung.

[1] „Der Einfluß von dritten Metallen auf die Konstitution der Messinglegierungen. Der Einfluß von Blei. Ein Beitrag zur Kenntnis des ternären Systems Kupfer-Zink-Blei". Sonderheft IX der Mitteilungen der deutschen Materialprüfungsanstalten. Arb. K.-W.-Inst. Metallforsch. Berlin 1929, S. 3. Berlin: Julius Springer.

Digitized by Google

Abb. 65 entspricht dem Gefüge vom Ende (E′) der Preßstange. Die α-Kristalliten sind hier rundlich bis körnig ausgebildet, in der Pfeilrichtung (Längsachse der

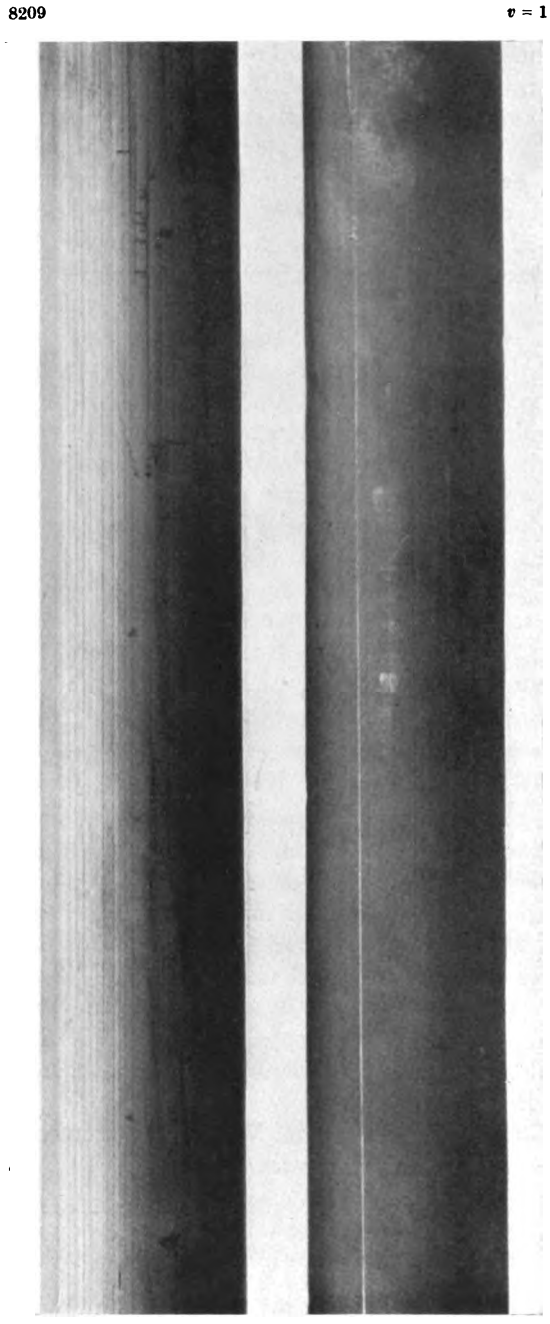


Abb. 63.
E′ vom Ende A′ vom Anfang der Preßstange.

Stange) ist eine schwache Längsorientierung der α-Kristallite unverkennbar.

Das Ende der Stange ist hiernach unzweifelhaft bereits innerhalb des $\alpha + \beta$-Gebietes gepreßt worden. Die α-Mischkristalle haben sich während des Preßvorganges ausgeschieden, sie sind zusammengeballt, verdrückt und schwach in der Längsrichtung der Stange orientiert. Durch Glühen oberhalb der $\beta(\alpha + \beta)$-Grenzkurve mit nachfolgender langsamer Abkühlung, trat in beiden Fällen eine Umkristallisation ein und die beiden Stücke A′ und E′ zeigten schließlich sehr ähnlichen Gefügeaufbau: teils nadlige, teils rundliche grobe α-Kristalliten, die in der β-Grundmasse eingebettet liegen. Abb. 66 ($v = 200$) entspricht dem Gefüge von A′ und Abb. 67 ($v = 200$) dem von B′ nach dem Ausglühen

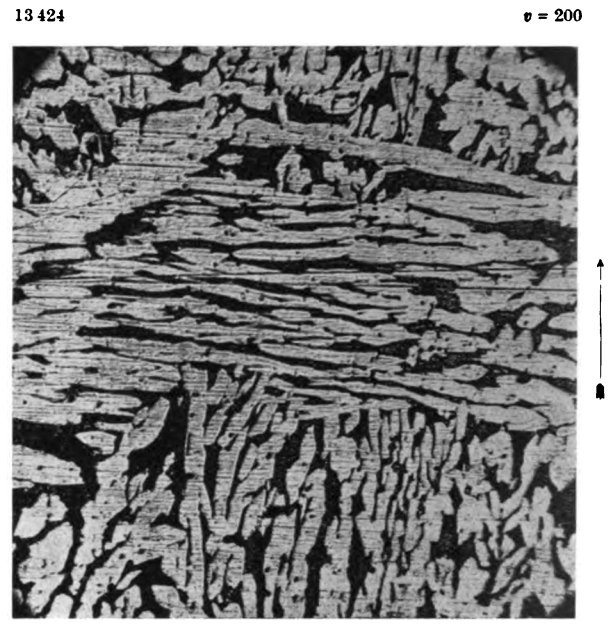


Abb. 64. A′, Gefüge vom Anfang der Preßstange.

bei 750° mit langsamer Abkühlung im Ofen. Bei A ist jedoch der ursprüngliche, nadlige Charakter, wenn auch stark vergröbert, noch immer deutlich erkennbar, während bei B′ der ursprünglich rundliche Charakter der α-Kristalliten auch nach dem Umkristallisieren nicht

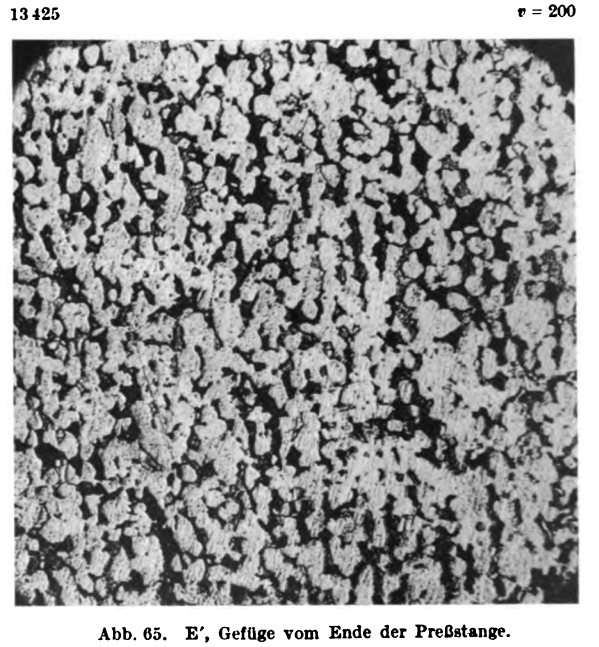


Abb. 65. E′, Gefüge vom Ende der Preßstange.

völlig verschwunden war. Von den beiden Stangenenden A′ und E′ wurden Zugstäbe (Flachstäbe) entnommen und im Anlieferungszustand und nach einstündigem Ausglühen bei 750° geprüft.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 45 zusammengestellt und in Abb. 68 graphisch aufgetragen.

Digitized by Google

13437 $v = 200$

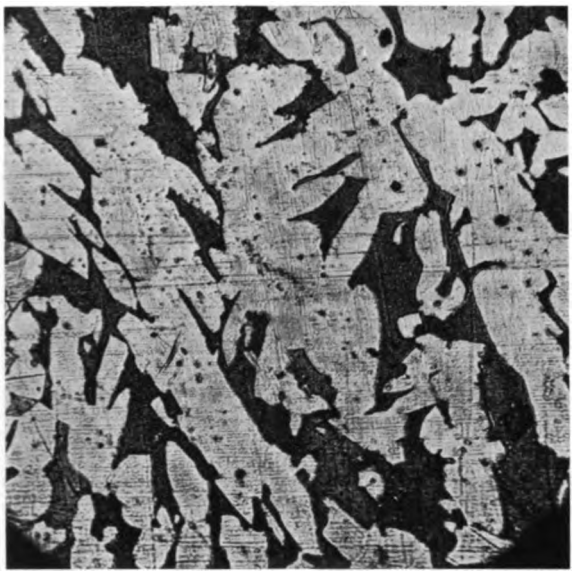


Abb. 66. A′, 1 St. bei 750° ausgeglüht und im Ofen abgekühlt.

13438 $v = 200$

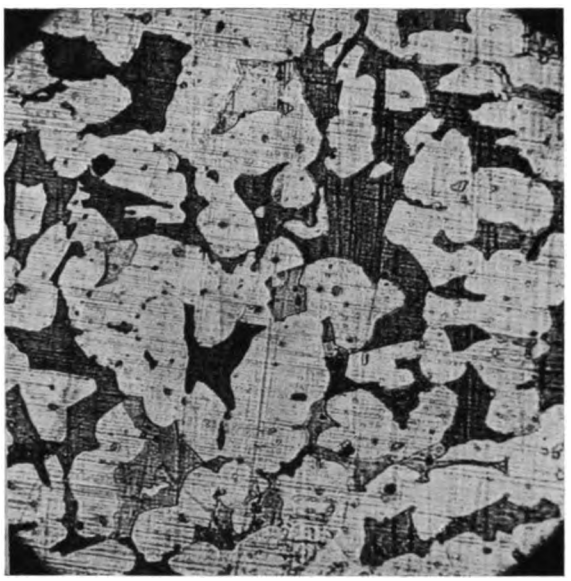


Abb. 67. E′, 1 St. bei 750° ausgeglüht und im Ofen abgekühlt.

Tabelle 45. Zugversuch (Abb. 68).

Material	Zustand des Materials	Abmessung Querschnitt F cm²	Festigkeit: Spannungen kg/cm² σ_P [1]	σ_S	σ_B	Streckgrenzeverhältnis $\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	Formänderung: Dehnung δ_{10} für die Meßlänge $l = 6$ cm %	Querschnittsverminderung $\psi = \frac{\Delta F}{F} \cdot 100$
A′ (Anfang)	Anlieferungszustand	0,291	430	1430	4050	35	31,1	32
		0,289	350	1380	4080	34	33,1	39
		0,286	260	1380	3990	35	36,6	40
		Mittel:	**350**	**1400**	**4040**	**35**	**33,6**	**37**
E′ (Ende)		0,293	770	1760	4030	44	24,5	32
		0,282	710	1830	4080	45	24,8	33
		0,291	950	1860	4120	45	25,4	34
		Mittel:	**810**	**1820**	**4080**	**45**	**24,9**	**33**
A′ (Anfang)	1 St. bei 750° ausgeglüht	0,291	520	1170	3850	30	36,2	43
		0,288	350	1160	3850	30	37,5	41
		0,294	340	1140	3810	30	35,9	39
		Mittel:	**400**	**1160**	**3840**	**30**	**36,5**	**41**
E′ (Ende)		0,292	430	1230	3900	32	34,9	41
		0,289	430	1210	3940	31	32,4	39
		0,290	430	1210	3900	31	25,1	35
		Mittel:	**430**	**1220**	**3910**	**31**	**30,8**	**38**

Aus Tabelle 45 und Abb. 68 geht folgendes hervor:

1. Das Material A′ (Anfang der Stange, heiß gepreßt) weist im Vergleich mit dem Material E′ (Ende der Stange, kälter gepreßt) bei gleicher Festigkeit σ_B, höhere Dehnung und größere Querschnittsverminderung, jedoch niedrigere Streckgrenze und Proportionalitätsgrenze auf.

2. Nach dem Ausglühen sind bei beiden Abschnitten σ_B, σ_S und σ_P nahezu gleich geworden. Auffallend ist jedoch, daß die Dehnung bei E′ (ausgeglüht) nicht einen so hohen Betrag erreicht wie bei A′ (geglüht).

Zur Ermittlung der Kugeldruckhärte wurden von den Stangenabschnitten A′ und E′ Scheiben im Anlieferungszustand und nach dem Ausglühen bei 750° entnommen. Die Schnittflächen wurden poliert. Zur Verwendung gelangte eine Kugel von 2,5 mm Durchmesser, mit der bei einer Belastung von 62,5 kg (30 Sek. lang) an den in Abb. 69 mit 1, 2, 3 bezeichneten Stellen Eindrucke ausgeführt wurden.

Der Durchmesser der Eindruckkreise wurde an zwei zueinander senkrechten Rich-

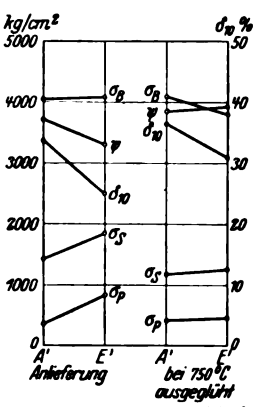


Abb. 68. Zugversuche mit Flachstäben, die vom Anfang (A′) und vom Ende (E′) einer Preßstange entnommen waren (Tabelle 45).

[1] Als Proportionalitätsgrenze ist die Spannung angegeben, bei der die bleibende Dehnung 0,003% der Meßlänge beträgt.

Digitized by Google

tungen gemessen. In Tab. 46 sind die Ergebnisse zusammengestellt.

Tabelle 46. Kugeldruckhärte (Brinell).

Material	Zustand	Lage der Eindrucke Abb.	Eindruck	Kugeldruckhärte $H = \frac{P}{O}$ Einzelwerte kg mm²	Mittel kg mm²
A′ (Anfang)	Anlieferungszustand	69	1	87,0	85,3
			2	82,1	
			3	86,8	
E′ (Ende)		69	1	91,5	92,6
			2	92,6	
			3	93,8	
A′ (Anfang)	1 St. bei 750° ausgeglüht	69	1	78,1	76,1
			2	73,6	
			3	76,5	
E′ (Ende)		69	1	81,6	82,3
			2	82,3	
			3	83,0	

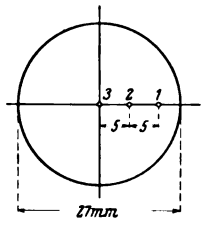


Abb. 69. Lage der Kugeleindrücke.

In Abb. 70 sind die Einzelwerte aus Tabelle 46 graphisch aufgetragen.

Abb. 70 und Tabelle 46 zeigen, daß das kälter gepreßte Ende der Stange (E′) deutlich härter ist als der heiß gepreßte Anfang (A′).

Selbst nach dem Ausglühen wird der Unterschied nicht völlig verwischt.

Nach obigen Versuchen hat somit die Preßtemperatur maßgebenden Einfluß auf die Festigkeitseigenschaften der gepreßten Stange. Die günstigsten Eigenschaften, gute Festigkeit bei gleichzeitig hoher Dehnung, werden erzielt, wenn das Pressen im reinen β-Gebiet vor sich geht[1]. Zu beachten ist dabei, daß die Grenzkurve der beginnenden α-Ausscheidung aus dem β-Mischkristall mit steigendem Bleigehalt nach höheren Temperaturen verschoben wird[2].

[1] Siehe auch W. Schreiter: Die günstigste Preßtemperatur von $\alpha + \beta$-Messing. Z. Metallkunde Bd. 18, S. 285. 1926.

[2] Näheres hierzu siehe Seite 45.

Wird das Pressen im $\alpha + \beta$-Gebiet vorgenommen, so weist das Material geringere Dehnung bei höherer Streck- und Proportionalitätsgrenze auf; auch die Härte ist größer, alles Anzeichen einer beginnenden Kaltreckung. Beim späteren Kaltziehen ist daher mit einem Aufreißen infolge von Reckspannungen eher zu rechnen als bei einem heiß (im β-Gebiet) gepreßten Material.

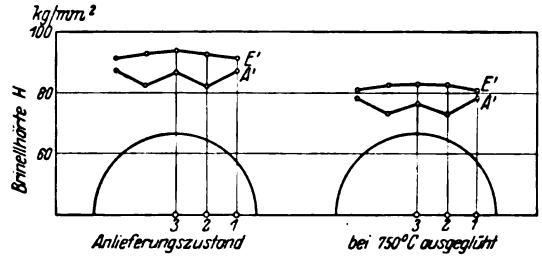


Abb. 70. Brinellhärte von Scheiben, die vom Anfang A′ und vom Ende E′ einer Preßstange entnommen waren (Tabelle 46).

7. Die Festigkeitseigenschaften.

Die Ergebnisse der Festigkeitsversuche sind zwar schon bei den einzelnen Materialsorten in Tabellen zu Mittelwerten zusammengefaßt, es erscheint aber zweckmäßig, zur besseren Übersicht, soweit als möglich die Ergebnisse für alle 5 Materialsorten an dieser Stelle nach bestimmten Gesichtspunkten zu ordnen und miteinander zu vergleichen. Hierzu bedarf es zunächst einer Übersicht über die verschiedenen Zustände, in denen die einzelnen Messingstangen bei der Anlieferung vorlagen; naturgemäß sind die Festigkeitseigenschaften in hohem Maße von diesen Zuständen abhängig und es war von vornherein zu erwarten, daß sich selbst bei dem gleichen Material bzw. Fabrikat erhebliche Unterschiede in den Festigkeitseigenschaften je nach dem vorliegenden Materialzustande ergeben würden. Man kann aus diesem Grunde auch nicht für das MS 58 ein für allemal zutreffende Normalwerte der einzelnen Festigkeitseigenschaften angeben, sondern allerhöchstens Grenzwerte, die jeweils einem bestimmten Bearbeitungszustande des betreffenden MS 58 eigentümlich sind.

Tabelle 47.

Materialsorte	Bearbeitungszustände und Probenbezeichnungen der angelieferten Materialien		
A	A 1 gepreßt	A 2 gepreßt und gezogen	A 3 gepreßt, gezogen, gerichtet
B	Gepreßt, gebeizt und von 12 mm ⌀ auf 19 mm ⌀ gezogen		
C	C α gepreßt	C β gepreßt und gezogen	C l u. C q Flachstäbe aus 20 mm dicken, warm gewalztem Blech längs und quer
D	D 1a gepreßt auf 21 mm ⌀	D 2a gepreßt und gezogen 21 auf 20	D 3a gezogen und abgerollt
	D 1b gepreßt auf 16 mm ⌀	D 2b gepreßt und gezogen 16 auf 15	D 3b gezogen und abgerollt
E	E 1 M gepreßt auf 11,8 mm ⌀	E 1 × G gepreßt und gezogen 11,8 auf 9,0	—
	E 2 M gepreßt auf 35,9 mm ⌀	E 2 × G gepreßt und gezogen 35,9 auf 30,0	E 2 A gepreßt und abgerollt 35,9 auf 36,1
	E 3 M gepreßt auf 29,7 mm ⌀	E 3 G (29,7 auf 28,0) gepreßt und gezogen E 3 × G (29,7 auf 24,0) gepreßt und gezogen	E 3 A gepreßt und abgerollt 29,7 auf 29,9
	E 4 M gepreßt auf 29,7 mm ⌀	E 4 G (29,7 auf 28,0) gepreßt und gezogen E 4 × G (29,7 auf 24,0) gepreßt und gezogen	E 4 A gepreßt und abgerollt 29,7 auf 29,9

Digitized by Google

Tabelle 48.

Versuchsart	An vergleichbaren Festigkeitskoeffizienten liegen vor:	Bei den Materialsorten
Zugversuch	σ_P (Proportionalitätsgrenze), σ_S (Streckgrenze), $\frac{\sigma_S}{\sigma_B}$ (Streckgrenzenverhältnis), σ_B (Zugfestigkeit), δ_{10}% (Dehnung), ψ% (Kontraktion), $E = \frac{1}{\alpha}$ (Elastizitätsmodul)	A 1, 2; B; C α, β; D 1, 2, 3, a; D 1, 2, 3, b; E 1, 2, 3, 4 M; 3 G, 4 G; 1, 2, 3, 4 × G; 2, 3, 4 A;
Kerbschlagprobe	a_k mkg/cm²	C α, β, D 1, 2, 3 a; D 1, 2, 3 b; E 1 M; E 2, 4 M; 3 G; 2, 3 × G; 2 A;
Brinellprobe	H_{Br}	B; C α, β, D 1, 2, 3, b; E 1, 2, 4, M; 2, 3, 4 × G; 2 A;
Druckversuch	— σ_P (Proport.-Druckelastizit.-Grenze), — σ_S (Quetschgrenze)	D 1, 2, 3 b; E 1, 2, 3, 4 M; 1, 2, 3, 4 × G; 2 A;
Scheerversuch	τ_{Sch} kg/cm²	D 1, 2, 3 b;
Torsionsversuch	$\sigma_{P\tau}$ (Proport.-Grenze), $\sigma_{S\tau}$ (Verdrehungsgrenze), G (Gleitmodul)	E 3, 4 M; 3, 4 × G; 4 A;
Schlagversuch	— ε_{Sl} % (prozent. Höhenverminderung), a mkg/cm² (spezif. Schlagfestigkeit)	D 1, 2, 3, b; E 1, 2, 3, 4 M; 1, 2, 3, 4 × G; 2, 3, 4 A;
Wechselschlagversuche (Krupp)	$\sum_n$ (Zahl der Schläge bis zum Bruch)	D 1, 2, 3 b;

Tabelle 47 gibt eine Übersicht über die Bearbeitungszustände, in denen die einzelnen Sorten MS 58 bei der Anlieferung in das Amt zur Verfügung standen.

Aus mancherlei Gründen hat es sich nicht ermöglichen lassen, bei allen 5 Materialsorten durch gleichartige Festigkeitsprüfungen stets alle in Frage kommenden Festigkeitskoeffizienten zu ermitteln. Es steht daher immer nur eine beschränkte Auswahl von Vergleichswerten für die einzelnen Koeffizienten zur Verfügung. Tabelle 48 gibt hierüber eine Übersicht.

a) Festigkeitskoeffizienten aus den Zugversuchen.

α) Anlieferungszustand: gepreßt.

Bei diesem Zustand ergeben sich bei den verschiedenen Materialsorten naturgemäß noch gewisse Unterschiede in den Ergebnissen aus der Verschiedenheit des sog. Preßverhältnisses (Barrendurchmesser/Stangendurchmesser), des angewendeten Preßdrucks (at), der Preßgeschwindigkeit (m/sek) und der Preßtemperatur (° C)[1]. Da bei der vergleichenden Auswertung der Ergebnisse möglicherweise auch diese Verschiedenheiten zu berücksichtigen sind, so ist in Tabelle 49 eine Übersicht über die Modifikationen des Zustandes „gepreßt" gegeben.

Es folgt nun in Tabelle 50 eine Zusammenstellung der Mittelwerte für die einzelnen Festigkeitskoeffizienten und die verschiedenen Materialsorten im gepreßten Anlieferungszustande; die Werte sind den betreffenden Tabellen im Teil I dieser Arbeit entnommen, ebenso auch die Werte für a_k (Kerbzähigkeit), H_{Br} (Brinellhärte), um gegebenenfalls die Schlußfolgerungen über die Ergebnisse des Zugversuches durch diese Zahlen zu stützen, unbeschadet des Umstandes, daß im weiteren Verlaufe der Zusammenfassung auch noch Sonderübersichten über diese beiden Festigkeitskoeffizienten (Tabelle 56 und 57) gegeben sind. In Tabelle 50 ist ferner auch noch der Gehalt an Blei in den verschiedenen Materialsorten hinzugefügt.

Tabelle 49. Modifikationen des Anlieferungszustandes „gepreßt".

Materialsorte	Preßverhältnis = Gußbarrendmr. (mm) dividiert durch Dmr. der gepreßten Stange	Preßdruck at	Preßgeschwindigkeit m/sek	Preßtemperatur ° C
A 1	135/30,0 = 4,5	150	—	—
C a	180/21,0 = 8,6	(800 ts) ?	0,167	675
D 1 a	135/21,0 = 6,43	160	0,89	730—750
D 1 b	136/16,0 = 8,45	170	1,10	730—750
E 1 M	175/11,8 = 14,85	250	0,0089	740
E 2 M	175/35,9 = 4,88	250	0,0146	735
E 3 M	175/29,7 = 5,90	250	0,0117	700
E 4 M	175/29,7 = 5,90	250	0,0088	700

Tabelle 50. Anlieferungszustand „gepreßt".

Materialbezeichnung	kg/cm² σ_P	kg/cm² σ_S	kg/cm² σ_B	$\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	% δ_{10}	% ψ	E	mkg/cm² a_k	H_{Br}	Bleigehalt %
A 1	830	1430	4460	32	34,9	47	—	—	—	1,14
C	790	1630	4670	35	34,2	39	931800	3,71	103,0	0,62
D 1 a	874	1450	4590	31	32,8	34	—	2,07	—	1,70
D 1 b	818	1450	4420	33	(24,3)[1]	(27)	1023500	2,43	102	
E 1 M	880	1890	3880	49	—	—	977000	1,98	104	
E 2 M	620	1470	4340	34	36,9	—	997500	3,62	80,9	2,05
E 3 M	620	1480	4370	34	31,0	—	1015000	—	—	
E 4 M	560	1520	4320	35	35,8	—	—	2,72	90,9	

[1] Über den Einfluß der Preßtemperatur siehe auch S. 45.

[1] Einzelwerte: δ = 20,8, 31,2, 21,9%; ψ = 23, 32, 27%.

Digitized by Google

Tabelle 51. Anlieferungszustand „gepreßt".
Glühbehandlung und Abschreckwirkung.

Einfache Zahlen, Zustand: 2 St. bei 650° geglüht und an der Luft abgekühlt.
Einmal unterstr. Zahlen, Zustand: 2 St. bei 650° geglüht und langsam im Ofen abgekühlt.
Zweimal unterstr. Zahlen, Zustand: 2 St. bei 750° geglüht und in Wasser abgeschreckt.

Materialbezeichnung	kg/cm²			$\frac{\sigma_S}{\sigma_B}$	%		E	mkg/cm² a_k	H_{Br}
	σ_P	σ_S	σ_B		S_{10}	ψ			
A 1	750	1330	4320	31	37,1	44	—	—	—
C d	620	1430	4370	33	32,6	34	933700	4,08 3,93	82,6 89,6
D 1a	541	1330	4200	32	31,3	28	—	2,55 2,44	—
D 1b	740	1330	4420	30	28,4	30	1025000	2,92 2,85	—
E 1 M	—	—	—	—	—	—	—	2,78 2,89	97,0 78,5
E 2 M	1190 —	2610 —	5390 —	49 —	14,4 —	18 —	—	3,31 3,88	102,0 76,2
E 3 M	1260 —	2690 —	5490 —	49 —	14,2 —	26 —	—	— —	— —
E 4 M	1130 —	2800 —	5860 —	48 —	16,8 —	22 —	—	2,71 3,44	105,4 75,7

Nach diesen Ergebnissen ist der Zustand „gepreßt" durch die hauptsächlichsten Festigkeitskoeffizienten ziemlich eindeutig charakterisiert. Man kann angeben, daß die Zugfestigkeit σ_B etwa 43 bis 45 kg/mm², das Streckgrenzenverhältnis σ_S/σ_B etwa 32 bis 35, Dehnung $\delta_{10} = 33$ bis 35% und Kontraktion ψ zwischen 35 und 45%, der E-Modul E = 1 Million, Kerbzähigkeit a_k zwischen 2 und 3,5 mmg/cm² und Brinellhärte $H_B = 90$ bis 100 ist, sofern man mittlere Preßverhältnisse (5 bis 8) anwendet. Höhere Preßverhältnisse (E 1 M) beeinflussen deutlich die Festigkeitsverhältnisse. Es steigt σ_S, σ_S/σ_B; a_k nimmt ab und H_B zu, d. h. der Stoff wird im ganzen spröder und härter, sehr wahrscheinlich auch auf Kosten des Formänderungsvermögens (δ und ψ), wofür leider keine Beobachtungswerte vorliegen. Auch der Stoff C mit verhältnismäßig hohem Preßverhältnis (8,6) bei der tiefsten Preßtemperatur in der Reihe (675°), deutet durch höheres σ_B und H_{Br} diesen Einfluß an, allerdings widerspricht dem der Wert für a_k. Auffallend ist bei E 1 M der niedrige Wert für σ_B. Das stärkere Preßverhältnis bei diesem Stoff sollte nicht nur σ_S, sondern auch σ_B erhöhen. Die niedrigen Werte für δ und ψ bei Material D_b verlieren an Bedeutung, wenn man sich die Einzelwerte ansieht, die sehr stark schwanken. Schwer erklärlich ist der Rückgang von σ_P bei E 2 bis E 4; ob er mit dem höheren Bleigehalt der Legierung im Zusammenhang steht, tritt nicht klar in Erscheinung, da E 1 M mit dem gleichen Bleigehalt die Normallage von σ_P zeigt. Der Bleigehalt kann immerhin bei mittleren Preßverhältnissen einen Einfluß ausüben — mit wachsendem P_b vielleicht steigende Werte für δ und ψ, fallende für σ_B und H_{Br} —, aber offensichtlich wird dieser etwaige Einfluß sehr stark überdeckt durch die kräftigeren Einwirkungen des höheren Preßverhältnisses und vielleicht auch der Preßtemperatur. —

Auch hinsichtlich der Wirkung einer Glühbehandlung und eines Abschreckens in Wasser auf Proben des Anlieferungszustandes „gepreßt" können aus den in Teil I der Arbeit zusammengestellten Werten vergleichende Übersichten für die verschiedenen Materialsorten gegeben werden, was in Tabelle 51 geschehen ist.

Der Einfluß der Glühbehandlung ist bei allen Materialsorten deutlich ausgeprägt. Bei A bis D b ist durchweg σ_P, σ_S und σ_B erniedrigt, besonders stark σ_B. Das Streckgrenzenverhältnis σ_S/σ_B zeigt nur geringfügige Änderungen, am meisten bei C und D b, die beide hohes Preßverhältnis haben. Weniger eindeutig ist der Glüheffekt bei δ und ψ zum Ausdruck gekommen. Die hier zu erwartende Zunahme tritt nur bei Material D b (hohes Preßverhältnis) deutlich in Erscheinung. Hingegen kommt dieser Glüheffekt bei allen Materialsorten bezüglich a_k und H_{Br} vollkommen eindeutig zum Ausdruck, und zwar, wie zu erwarten, am stärksten bei E 1 M, das das höchste Preßverhältnis hatte. Leider liegen gerade für dieses Material die Werte σ_P, σ_S und σ_B sowie δ und ψ nicht vor. Es ist aber nach dem Ausfall der Werte für a_k und H_{Br} zu erwarten, daß sich dieses Material auch in den übrigen Koeffizienten durch das Glühen allen übrigen Materialsorten angenähert haben wird. Man kann wohl allgemein sagen, daß durch das Glühen der Anlieferungszustand „gepreßt" noch klarer in den Eigenschaften charakterisiert ist als im ungeglühten Zustande. Die oberen und unteren Grenzwerte der einzelnen Festigkeitskoeffizienten rücken für alle vier Materialien noch näher zusammen.

Auch die Abschreckwirkung[1] tritt deutlich und überall im gleichen Sinne zutage. Sie ist für die Werte des Zugversuches zum Teil recht beträchtlich. Auch das höhere Streckgrenzenverhältnis bestätigt ebenso wie die verkleinerten Werte von δ und ψ die durchgreifende Veränderung der Ursprungseigenschaften. Leider liegen Werte nur für Material E vor, aber daß die Abschreckwirkung auch bei D in gleichem Sinne zum Ausdruck kommt, erweisen die Werte für a_k.

β) Anlieferungszustand gepreßt und gezogen.

Auch dieser Zustand war bei den fünf Materialsorten durch die Bearbeitungsvorgänge nicht eindeutig charakterisiert. Die verschiedenen Modifikationen des Bearbeitungsvorganges ergeben sich aus Tabelle 52.

Eine vergleichende Übersicht über die für diesen Zustand gefundenen Festigkeitskoeffizienten vermittelt die Tabelle 53.

[1] Bei 750°, also im β-Gebiet abgeschreckt.

Digitized by Google

Hinsichtlich der Festigkeitseigenschaften kennzeichnet sich hiernach auch der Zustand „gepreßt und gezogen“ bei allen zum Vergleich heranziehbaren Materialsorten als ziemlich eindeutig. Es ergeben sich etwa folgende Grenzwerte: $\sigma_B = 47$ bis 54 kg/mm², $\sigma_S/\sigma_B = 60$ bis 79, $\delta_{10} = 12{,}9$ bis 28,6%, $\psi = 17$ bis 42%, $E = 1000000$ bis 1143000, $a_k = 1{,}35$ bis 3,13 mkg, $H_{Br} = 122$ bis 138.

Tabelle 52. Modifikationen des Anlieferungszustandes „gepreßt und gezogen“.

Materialsorte	Ziehgrad (mm) = Durchmesserverhältnis vor und nach dem Ziehen	Anzahl der Züge	Zahl und Art der Zwischenglühungen	Sonstige Arbeitsbehandlung
A 2	30/29 = 1,04	1	—	—
B	21/19 ⬡ = 1,10	1	—	1 Zwischenbeizung
Cβ	21/20 = 1,05	2	—	—
D a	21/20 = 1,05	1	—	—
D b	16/15 = 1,07	1	—	—
E 3 G	29,7/28,0 = 1,06	1	1 (600—650°)	—
E 4 G	29,7/28,0 = 1,06	1	1 (600—650°)	—
E 1 × G	11,8/ 9,0 = 1,31	3	3 (600—650°)	—
E 2 × G	35,9/30,0 = 1,20	3	3 (600—650°)	—
E 3 × G	29,7/24,0 = 1,24	3	3 (600—650°)	—
E 4 × G	29,7/24,0 = 1,24	3	3 (600—650°)	—

Abgesehen von dem gegenüber dem einfachen „gepreßten“ Zustande (Tabelle 50) durchweg höheren σ_B kennzeichnet sich der durch das Ziehen verstärkte Grad der Kaltreckung vorwiegend durch den Quotienten σ_S/σ_B, der bei diesem Zustand zwischen 60 bis 79 liegt, während er im einfach gepreßten Zustande nur etwa 32 bis 34 betrug. Umgekehrt proportional mit der Größe dieser Kennziffer läuft die Zahl δ_{10}. Als Ganzes gesehen ist dem „gepreßt und gezogenen“ - Zustand natürlich eine kleinere Dehnung (13 bis 28%) als dem einfach „gepreßten“ (33 bis 35%) eigentümlich. Dem in dieser Tabelle etwas herausfallenden Werte $\sigma_S/\sigma_B = 60$ entspricht die größte beobachtete Dehnung für diesen Zustand, nämlich 28,6, umgekehrt ergibt sich bei den optimalen Werten von 79% bzw. 78% für σ_S/σ_B die kleinste Dehnung von 14,5% bzw. 12,9%. Etwas unregelmäßiger verläuft ψ. Der E-Modul zeigt sich gegenüber dem einfach gepreßten Zustande (rund 1000000) etwas erhöht, also die Dehnungszahl $\alpha = \frac{1}{E}$ etwas erniedrigt. Die Kerbzähigkeit a_k hat sich durch die Ziehbehandlung nicht wesentlich geändert, während die Härte H_{Br} eine deutliche Zunahme gegenüber dem nur gepreßten Zustand erkennen läßt.

Die Unterschiede für die Werte σ_S, σ_B, σ_S/σ_B und δ innerhalb der Tabelle stehen in gewissen Beziehungen zu den Modifikationen der Bearbeitungsvorgänge für den Zustand „gepreßt und gezogen“, wie sie in Tabelle 52 aufgeführt wurden.

Das Material A mit dem kleinsten Ziehgrad (1,04) weist auch den kleinsten Wert für σ_B (46,7) und auch für σ_S/σ_B (60) auf, was offensichtlich auf die geringere Kaltreckwirkung hinweist. Hingegen zeigt das Material mit dem größten Ziehgrad, nämlich E 1 × G (1,31) auch die optimalen Werte für σ_B; allerdings bringt hier der Wert σ_S/σ_B (73) nicht zum Ausdruck, daß bei diesem Material die größte Kaltreckwirkung vorlag.

Analog, nur im umgekehrten Sinne, zeigt Material A den größten in der Tabelle vorkommenden Wert für δ_{10}. Leider liegt der Vergleichswert bei E 1 × G nicht vor, aber die Materialsorten E 3 × G und E 4 × G, die gleichfalls sehr hohen Ziehgrad (1,24) haben, zeigen doch auch beträchtlich niedrigere Dehnungswerte. Im übrigen läßt sich eine genau gesetzmäßige Abhängigkeit der Festigkeitswerte von den zwischen den beiden Grenzwerten des Ziehgrades (1,04 und 1,31) liegenden Ziehgradzwischenwerten aus der Tabelle nicht ableiten.

Den höchsten Grad der Kaltreckwirkung ($\sigma_S/\sigma_B = 79$) mit entsprechend niedriger Dehnung δ_{10} zeigt Material B. Hier bleibt die Frage offen, ob hierfür die angewendete Zwischenbeizung verantwortlich zu machen ist oder ob die Kaltreckwirkung beim Sechskantprofil an sich eine stärkere ist als beim Rundprofil, was immerhin nicht ausgeschlossen erscheint.

Da die drei Materialsorten Db, E3G und E4G nahezu den gleichen Ziehgrad aufweisen, so böte sich die Möglichkeit, aus ihren Festigkeitskoeffizienten auf den Einfluß, den die Zwischenglühung hat, der die beiden letzteren Materialsorten unterworfen wurden, zu schließen. Man könnte annehmen, daß die etwas niedrigeren Werte für σ_B und die etwas größeren für δ_{10} bei den beiden E-Materialien auf diesen Einfluß zurückzuführen sind; auch das kleinere H_{Br} bei E3G spricht dafür, aber eine Verallgemeinerung dieser Schlußfolgerung ist angesichts des nicht genügenden Beweismaterials nicht zu empfehlen, zumal auch die E-Materialien, die einer dreimaligen Zwischenglühung unterzogen wurden, eine Auswirkung dieser Behandlung auf die Festigkeitswerte nicht deutlich erkennen lassen.

Tabelle 53. Anlieferungszustand „gepreßt und gezogen“.

Materialbezeichnung	kg/cm² σ_P	kg/cm² σ_S	kg/cm² σ_B	$\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	% δ_{10}	% ψ	E	mkg/cm² a_k	H_{Br}
A 2	1210	2830	**4670**	**60**	28,6	42	1014000	—	—
B	1710	4270	5410	**79**	14,5	42	1143300	2,04	137,6
C	1600	3560	5210	68	21,7	37	980000	3,13	134,4
D 2a	2070	3670	5070	72	20,1	25	1022000	1,35	—
D 2b	2160	3980	5120	78	12,9	17	—	1,69	138
E 3 G	620	3450	4810	72	20,1	—	1036000	1,90	133,3
E 4 G	870	3820	4860	78	15,0	—	—	—	—
E 1 × G	1180	4010	**5450**	73	—	—	—	—	—
E 2 × G	620	3630	4890	75	21,3	—	—	2,75	122,3
E 3 × G	700	3870	5080	77	18,2	—	1097500	—	—
E 4 × G	550	3880	4920	75	20,6	—	—	2,31	137,9

In Tabelle 54 sind die Ergebnisse der Zugversuche mit den Proben, die im „gepreßt und gezogenen“ Anlieferungszustande einer Glühbehandlung unterzogen wurden, zusammengestellt.

Die angewendete Glühbehandlung (2 St. bei 650° und Abkühlung an der Luft) hat, wie die Werte der obigen

Digitized by Google

Tabelle ausweisen, auch für diesen Anlieferungszustand eine durchgreifende Wirkung. Die Folgen der Kaltreckung infolge des Ziehvorganges werden nahezu vollständig beseitigt. σ_B, σ_S/σ_B und E werden herabgedrückt etwa auf die Höhe der entsprechenden Werte des geglühten Preßzustandes (Tabelle 51). δ_{10} wird entsprechend erhöht.

Tabelle 54. Anlieferungszustand „gepreßt, gezogen und ausgeglüht (2 St. bei 650°).

Materialsorte	kg/cm²			$\frac{\sigma_S}{\sigma_B} \cdot 100$	%		E	mkg/cm²
	σ_P	σ_S	σ_B		δ_{10}	ψ		a_k
A 2	750	1310	4130	31	33,3	41	—	—
B	710	1200	4120	29	40,8	44	1047800	—
C	790	1590	4490	35	30,7	32	997700	—
D 2a	585	1260	4340	29	29,0	27	948000	2,02
D 2b	513	1190	4040	29	25,7	31	—	—
E 1 × G	—	1770	4250	42	(38,2)	(42)	—	—
E 3 × G	680	1390	4220	33	30,1	38	—	—

γ) Dritter Anlieferungszustand.

Nachbehandlung durch Richten oder Abrollen.

In bezug auf diesen dritten Zustand sind die eingereichten Materialsorten nicht als gleichmäßig behandelt anzusehen; es liegen daher auch für diese Zusammenfassung der Ergebnisse nur beschränkte Vergleichsmöglichkeiten vor. Es ist zu unterscheiden zwischen folgenden Anlieferungszuständen:

a) Gepreßt, gezogen und gerichtet: Material A.

b) Gepreßt, gezogen, abgerollt: Materialien D 3a und D 3b (2 Preßgrade).

c) Gepreßt und abgerollt: Materialien E 2 A, E 3 A und E 4 A.

Bezüglich des Einflusses des Richtens[1] besteht hiernach nur eine einzige Beurteilungsmöglichkeit, nämlich bei Material A. Hierfür weist die Tabelle 1 die Ergebnisse der Zugversuche aus. Danach ruft das Richten noch eine leichte Steigerung der Kaltreckwirkung, die schon durch das Ziehen eingeleitet wurde, hervor; dies beweisen die Erhöhungen der Werte für σ_B von 4670 auf 4880, σ_S/σ_B von 60 auf 61, E von 1014000 auf 1038500 und im reziproken Sinne die geringen Abnahmen von δ_{10} von 28,6 auf 26,7. Folgerichtig wäre zu erwarten gewesen, daß auch ψ eine weitere Verminderung gegenüber dem gezogenen Zustande erfahren hätte. Daß es sich bei dem nachträglichen Richten um eine zusätzliche Kaltreckwirkung (Stauchung) handelt, erweist aber auch die Tabelle 2 beim Material A, die deutlich zum Ausdruck bringt, daß durch eine nachträgliche Glühbehandlung des gerichteten Materials, dessen Festigkeitskoeffizienten sämtlich wieder den Werten des gepreßten bzw. gezogenen Materialzustandes angenähert werden.

Bezüglich des sog. „Abrollens“[1] muß, wie aus der obigen Übersicht zu ersehen, unterschieden werden nach den vorangegangenen Arbeitsvorgängen, nämlich, ob direkt nach dem Pressen abgerollt wurde (Material E) oder ob ein Ziehen dem Abrollen vorangegangen ist (Material Da und Db).

Wie aus Tabelle 19 (Material D) hervorgeht, kennzeichnet sich bei diesem Material der Vorgang des Abrollens nach vorangegangenem Pressen und Ziehen weniger deutlich als zusätzliche Kaltreckwirkung. Bei beiden Dimensionen der geprüften Stangen (20 mm und 15 mm ∅) veränderte sich σ_B durch Abrollen fast gar nicht (5070 gegen 5060, 5120 gegen 5170), das Verhältnis σ_S/σ_B erfuhr sogar in beiden Fällen eine Verminderung (32 gegen 69, 78 gegen 75); nur die Dehnung δ_{10} deutet wegen der etwas kleineren Werte im abgerollten Zustande auf geringe zusätzliche Kaltreckwirkung (20,1 : 19,3, 12,9 : 10,8). Auch hier zeigt, wie oben beim Material A, die Tabelle 20 deutlich an, daß durch eine nachträgliche Glühbehandlung des abgerollten Materials die Kaltreckwirkung restlos wieder aufgehoben wird.

Wird gepreßtes Material direkt abgerollt, ohne daß vorher ein Ziehvorgang zwischengeschaltet wurde (Material E), so ist zwar auch eine geringe Kaltreckwirkung in den Festigkeitswerten nachweisbar, wie aus Tabelle 55 hervorgeht, in die für die drei Materialien E die Werte für gepreßten Zustand (M) und im abgerollten Zustand (A) aus der Tabelle 29 übernommen sind. Die Kaltreckwirkung beschränkt sich im wesentlichen auf die Erhöhung von σ_S und eine mehr oder weniger starke Herabminderung von δ_{10}, während σ_B ziemlich unverändert bleibt. Wie sich aus Tabelle 30 ergibt, erfahren die Festigkeitswerte des gepreßten und abgerollten Materials durch Abschrecken bei 750° in Wasser von 18° eine sehr durchgreifende Veränderung. Besonders die Dehnung wird dadurch beträchtlich erniedrigt.

Tabelle 55. Vergleich: Zustand „gepreßt“ und Zustand „gepreßt und abgerollt“ bei Material E.

Materialbezeichnung	kg/cm²			$\frac{\sigma_S}{\sigma_B}$	%	E
	σ_P	σ_S	σ_B		δ_{10}	
E 2 M gepreßt	620	1470	4340	34	36,9	997500
E 2 A gepreßt u. abgerollt	560	1610	4510	36	33,1	1056000
E 3 M gepreßt	620	1480	4370	34	31,0	1015000
E 3 A gepreßt u. abgerollt	860	1870	4360	43	21,8	1025000
E 4 M gepreßt	560	1520	4320	35	35,8	—
E 4 A gepreßt u. abgerollt	620	1810	4390	41	32,4	1014000

b) Brinellhärte.

Die in den vorangegangenen Tabellen mitgeteilten Ergebnisse über Brinell-Kugeldruckproben der einzelnen Materialsorten sind in der nachfolgenden Tabelle 56 nochmals nebeneinandergestellt.

[1] Unter „Richten und Abrollen“ ist, wie Seite 3 bereits bemerkt wurde, der gleiche Arbeitsvorgang zu verstehen, in beiden Fällen tritt eine schwache Stauchung des Materials ein.

Digitized by Google

Aus ihr lassen sich zusammenfassend etwa folgende Schlußfolgerungen ziehen:

Im gepreßten Anlieferungszustand verläuft die Brinellhärte des MS 58 zwischen den Grenzwerten 81 bis 104, durch Glühbehandlung werden diese Werte auf 75 bis 90 herabgedrückt.

Im gepreßten und gezogenen Anlieferungszustand ergaben sich Brinellhärten von 122 bis 138. Die Erhöhung der Härte gegenüber dem gepreßten Zustand beträgt im Durchschnitt 30 bis 50%. Eine Glühbehandlung setzt auch für diesen Zustand die Brinellhärte auf 77 bis 80 herab.

Für geglühten, spannungsfreien Zustand, bei dem durch Glühbehandlung die Reckwirkung der Bearbeitungsvorgänge wieder aufgehoben wurde, scheint sonach der Normalwert der Brinellhärte für MS 58 etwa um 80 herum zu liegen.

Durch Abschrecken nach dem Glühen erfährt die Brinellhärte wiederum eine Erhöhung bis auf etwa 93 bis 108. Je höher die Glühtemperatur, von der aus abgeschreckt wurde, um so mehr erhöhen sich die Brinellwerte.

Durch das Abrollen werden die Brinellwerte gegenüber dem gezogenen Zustande noch etwas erhöht und steigen um ein geringes über 140 an. Gepreßtes MS 58, das gezogen und abgerollt wird, erfährt hiernach durch diese Bearbeitungsvorgänge eine Erhöhung der Brinellhärte um insgesamt etwa 40%.

Wenn das Abrollen unmittelbar am gepreßten Material, also ohne dazwischengeschalteten Ziehvorgang, vorgenommen wird, so wird dadurch gleichfalls eine Erhöhung der Brinellhärte hervorgerufen, die aber nur etwa 20 bis 25% beträgt.

Diese Schlußfolgerungen haben bezüglich ihrer zahlenmäßigen Angaben selbstverständlich nur bedingten Geltungsbereich; immerhin dürften auch bei anderen MS 58-Arten in der Größenordnung der Zahlenwerte kaum nennenswerte Unterschiede zu erwarten sein.

Die Einzeltabellen bei den verschiedenen Materialien geben über Sonderfragen zur Brinellhärte, wie beispielsweise den Verlauf bei verschiedenen Glühgraden (Tab. 26) sowie über den Verlauf der Brinellhärte vom äußeren Umfang der Walzstange nach dem Querschnittsinneren zu (Tabelle 39/40) noch weitere Auskunft.

Tabelle 56. Vergleichende Übersicht über die Brinellwerte.

Materialsorte	Zustand des Materials						
	Anlieferung gepreßt	Gepreßt, geglüht an der Luft abgekühlt	Gepreßt, geglüht und abgeschreckt	Anlieferung gepreßt und gezogen	Gepreßt, gezogen, geglüht, an der Luft abgekühlt	Anlieferung, gezogen und abgerollt	Anlieferung gepreßt, abgerollt
B	—	—	—	137,6	—	—	—
C	103	89,6	(82,6)	134,4	—	—	—
D	102	—	—	138	—	142	—
E 1	104	78,5	97,0	—	—	—	—
E 2	80,9	76,2	106,6	122,3	77,3	—	97,9
E 3	—	—	—	133,3	80,1	—	—
E 4	90,9	75,7	108,6	137,9	79,0	—	—

c) Kerbzähigkeit.

Auch über die Kerbzähigkeit (a_k) ist versucht worden in der Tabelle 57 eine zusammenfassende Übersicht zu geben.

Wie aus der Tabelle jedoch hervorgeht, lassen sich über die Kerbzähigkeit von MS 58 in den verschiedenen Zuständen Grenzwerte nur schwer angeben, da die Werte sehr stark durcheinandergehen. Man kann indessen wohl folgern, daß die Kerbzähigkeit von MS 58 im allgemeinen nur selten unter 1,50 mkg/cm² heruntergeht und höchstens bis etwa 4 mkg ansteigt. Die letzteren optimalen Werte werden aber nur bei geglühtem Material erreicht. Auffallend ist die verschiedene Wirkung des Abschreckens bei den verschiedenen Materialsorten auf die Kerbzähigkeit. Während bei dem Material C das Abschrecken in Wasser eine deutliche Herabminderung des a_k-Wertes verursacht — beim Material E ist diese Wirkung nicht so klar in Erscheinung getreten —, ergibt Material D für alle drei Bearbeitungszustände, und zwar am stärksten für den abgerollten Zustand, eine beträchtliche Erhöhung der Kerbzähigkeit. Bei der noch bestehenden Unsicherheit über die Zuverlässigkeit der Versuchsmethodik der Kerbschlagprobe kann indessen den Schlußfolgerungen über die Beeinflussung der Kerbzähigkeit des MS 58 nur eine untergeordnete Bedeutung zugemessen werden.

Tabelle 57. Kerbzähigkeit.

Materialsorte	Gepreßter Zustand			Gepreßt und gezogen						Abgerollt		
	Anlieferung	Geglüht	Abgeschreckt	Mit 1 Zug	Desgl. geglüht	Desgl. abgeschreckt	Mit 3 Zügen	Desgl. geglüht	Desgl. abgeschreckt	Abgerollt	Desgl. geglüht	Desgl. abgeschreckt
C	3,71	4,08	3,70 (Öl) 2,79 (Wasser)	3,13	—	—	—[1]	—	—	—	—	—
Da	2,07	2,44	2,55	1,35	1,90	2,79	—	—	—	1,95	2,09	3,83
Db	2,43	2,85	2,92	1,69	2,02	3,48	—	—	—	1,45	2,17	3,71
E 1	1,98	3,07	2,78	—	—	—	—	—	—	—	—	—
E 2	3,62	3,88	3,30—3,49	—	—	—	2,75	3,31—3,84	—	2,58	2,70—3,44	2,98[2]
E 4	2,72	4,14	2,68—3,05	—	—	—	2,31	2,54—3,68	2,31	—	—	—
E 3	—	—	—	1,90	3,37—3,48	2,17—2,94	—	—	—	—	—	—

[1] Für den warmgewalzten Zustand (längs und quer zur Walzrichtung) siehe die Ergebnisse in Tabelle 17.

[2] Material lag nur im gepreßten und abgerollten Zustande (ohne dazwischenliegendes Ziehen) vor.

Digitized by Google

Tabelle 58. Vergleich der σ_P und σ_S (Zugversuche) mit $-\sigma_P$ und $-\sigma_S$ (Druckversuch). Alle Zahlen sind kg/cm².

Materialsorte	Zustand des Materials: Gepreßt σ_P	Gepreßt $-\sigma_P$	Gepreßt σ_S	Gepreßt $-\sigma_S$	Gepreßt und gezogen σ_P	Gepreßt und gezogen $-\sigma_P$	Gepreßt und gezogen σ_S	Gepreßt und gezogen $-\sigma_S$	Gepreßt, gezogen, abgerollt σ_P	Gepreßt, gezogen, abgerollt $-\sigma_P$	Gepreßt, gezogen, abgerollt σ_S	Gepreßt, gezogen, abgerollt $-\sigma_S$	Gepreßt, gezogen, abgerollt, geglüht σ_P	Gepreßt, gezogen, abgerollt, geglüht $-\sigma_P$	Gepreßt, gezogen, abgerollt, geglüht σ_S	Gepreßt, gezogen, abgerollt, geglüht $-\sigma_S$	Bemerkungen
Db	818	1090	1450	1610	2160	1990	3980	3130	1730	2500	3890	3550	613	(1780 —1100 1120	1340	(2560 —1580) 1450	Umgekehrt proportional der Höhe der Glühtemperatur
E 1	880	1330	1890	1900	1180	3170	4010	4080	—	—	—	—	—	—	—	—	
E 2	620	1090	1470	1490	620	2910	3630	3690	560	2210	1610	2520[1]	—	(1380—1550) 1410	—	(1830—2030) 1830	[1] Gepreßt und abgerollt ohne zwischengeschaltetes Ziehen
E 3	620	1190	1480	1660	700	2560	3870	3490	860	2520	1870	3020	—	—	—	—	
E 4	560	1400	1520	1650	550	3010	3680	3490	620	2440	1810	2970	—	—	—	—	

d) Druckversuche.

Eine vergleichende Übersicht über die wichtigsten Ergebnisse der Druckversuche mit MS 58 ermöglicht die vorstehende Tabelle 58, und zwar insbesondere in Hinsicht auf die Frage, inwieweit bei diesem Material die Proportionalitätsgrenze $-\sigma_P$ (in praktischem Sinne Druck-Elastizitätsgrenze) und die Fließgrenze $-\sigma_B$ (Quetschgrenze) übereinstimmen mit den entsprechenden Spannungsgrenzen bei Zugbeanspruchung (σ_P und σ_S).

e) Scherfestigkeit.

Über die Ergebnisse der Scherversuche geben in den Einzelheiten die entsprechenden Tabellen (24 bei Material D und 37 bei Material E) Auskunft. Im nachfolgenden ist, soweit die Ergebnisse hierzu verwendbar waren, eine Übersicht versucht worden, über die Beziehungen der Scherfestigkeit τ_s zur Zugfestigkeit σ_B.

Aus dieser Übersicht, die allerdings nur für eine Materialsorte vorliegt, ergibt sich mit guter Übereinstimmung für alle Bearbeitungszustände, daß die Scherfestigkeit des MS 58 etwa 62 bis 64% der Zugfestigkeit beträgt.

Tabelle 59. Scherfestigkeit im Vergleich zur Zugfestigkeit.

Materialsorte	Zustand des Materials: Gepreßt σ_{τ_s}	Gepreßt σ_B	Gepreßt $\frac{\sigma_\tau}{\sigma_B} \cdot 100$	Gepreßt, gezogen σ_{τ_s}	Gepreßt, gezogen σ_B	Gepreßt, gezogen $\frac{\sigma_\tau}{\sigma_B}$	Gepreßt, gezogen, abgerollt σ_{τ_s}	Gepreßt, gezogen, abgerollt σ_B	Gepreßt, gezogen, abgerollt $\frac{\sigma_\tau}{\sigma_B}$	Geglüht bei 650° σ_τ	Geglüht bei 650° σ_B	Geglüht bei 650° $\frac{\sigma_\tau}{\sigma_B}$
Db	2720	4420	**62**	3240	5120	**63**	3300	5170	64	2830	4400	64

Es läßt sich an Hand dieser Tabelle feststellen, daß die Proportionalitätsgrenze bei Zugbeanspruchung für alle Bearbeitungszustände des Materials niedriger gefunden wurde als für Druckbeanspruchung. Die Differenzen sind zum Teil so groß (z. B. beim gepreßt gezogenen und darauf abgerollten Zustand des Materials E: 550 gegen 3010), daß man diese Unterschiede wohl nicht mehr auf Eigenheiten der bei beiden Versuchsarten angewendeten Versuchsmethodik zurückführen kann, vielmehr annehmen muß, daß es sich um ein charakteristisches Verhalten handelt.

Hinsichtlich der Fließgrenze hat es den Anschein, als wenn diese für Zug- und Druckbeanspruchung als praktisch gleich anzunehmen ist. Nennenswerte Unterschiede haben sich hierfür nur bei Material E im gepreßten und darauf abgerollten Zustande ergeben.

f) Torsionsfestigkeit.

Torsions-, d. h. Verdrehungsversuche, sind nur mit den Materialien E 2 M bis E 4 M ausgeführt worden, worüber die Tabelle 37 Auskunft gibt. In der nachstehenden Tabelle 60 ist eine vergleichende Übersicht zwischen der Verdrehungs- bzw. Torsionsfestigkeit τ_t zur Zugfestigkeit σ_B und des Gleitmoduls G zum Elastizitätsmodul E gegeben.

Die Torsionsfestigkeit von MS 58 kann hiernach zu etwa 85 bis 90% der Zugfestigkeit angenommen werden. Der Gleitmodul, der rd. 350000 beträgt, steht zum Elastizitätsmodul im normalen Verhältnis von rd. 0,34 E.

Tabelle 61. Schlagfestigkeit.

Materialsorte	Zustand des Materials: Gepreßt $-\varepsilon_{Si}$ %	Gepreßt a mkg/cm³	Gezogen $-\varepsilon_{Si}$ %	Gezogen a mkg/cm³	Abgerollt $-\varepsilon_{Si}$ %	Abgerollt a mkg/cm³	Geglüht 650° $-\varepsilon_{Si}$ %	Geglüht 650° a mkg/cm³	Bemerkungen
Db	41,9	45	36,6	40	37,8	37,5	43,2	55	—
E 1	44,7	57,5 (65—80)	42,4	55	—	—	—	—	—
E 2	43,3	72,5	31,0	35	34,4	55	—	—	Der abgerollte Zustand ist bei E nicht vergleichbar mit D, weil der Zwischenzug bei E fehlt
E 3	39,8	37,5	29,5	65	33,0	32,5	—	—	
E 4	40,3	40	29,9	62,5	33,7	35	—	—	

Digitized by Google

Tabelle 60. Torsionsfestigkeit im Vergleich zur Zugfestigkeit.

Materialsorte	Zustand des Materials	τ_{max}	σ_B	$\frac{\tau_{max}}{\sigma_B}$	G	E	$\frac{G}{E}$	τ_{max}	σ_B	$\frac{\tau_{max}}{\sigma_B}$	G	E	$\frac{G}{E}$	τ_{max}	σ_B	$\frac{\tau_{max}}{\sigma_B}$	G	E	$\frac{G}{E}$
		Gepreßt						Gepreßt, gezogen						Gepreßt und abgerollt						Gepreßt, gezogen, geglüht bei 650°					
E 3		4080	4370	94	341990	1015000	0,337	4340	5080	85	341610	1097500	0,312	—	—	—	—	—	—	3470	4240	82	340660	—	—
E 4		4000	4320	93	323310	—	—	4230	4920	88	343730	—	—	4000	4390	91	352800	1014000	0,348	3960	—	—	343230	—	—

g) Schlagfestigkeit.

Die Übersicht über die Einzelergebnisse der Schlagversuche, die nur mit Material D und E ausgeführt wurden, bieten die Tabellen 25 u. 36. In der auf S. 54 stehenden Tabelle 61 werden die Ergebnisse hinsichtlich der bis zum Bruch gefundenen prozentualen Höhenverminderung ($-\varepsilon_{St}$ %) und der Gesamtschlagarbeit, die bis zum Zerschlagen der Probe aufgewendet wurde (a mkg/cm²), nochmals übersichtlich zusammengefaßt.

Die Zusammendrückbarkeit bei dynamischer, d. h. stoßweiser, schlagartiger Beanspruchung kann man hiernach bei MS 58 zu etwa 35 bis 40% (je nach dem vorliegenden Bearbeitungszustand) bezogen auf die ursprüngliche Probenlänge, annehmen. Hierbei muß allerdings vorausgesetzt werden, daß das Verhältnis der Probenlänge zum Probendurchmesser nicht > 1 wird, da sonst nicht mehr reine Druckbeanspruchung vorliegt, sondern Knickgefahr besteht.

Vergleicht man die Werte für $-\varepsilon_{St}$ % mit den Werten δ_{10} für Dehnung bei statischer Zugbeanspruchung, so ergibt sich, daß die Formänderungsfähigkeit des Materials bei dynamischer Druckbeanspruchung im allgemeinen nicht unbeträchtlich größer zu sein scheint als das Dehnvermögen bei statischer Zugbeanspruchung.

Die Schlagfestigkeit des Materials, d. h. die bis zum Zerschlagen der Probe aufzuwendende Gesamtschlagarbeit, bezogen auf die Raumeinheit des Probekörpers, schwankt anscheinend bei MS 58 in ziemlich weiten Grenzen (32,5 bis 72,5 mkg). Das Material ist danach gegen dynamische Beanspruchung verschieden stark empfindlich.

h) Wechselschlag-(Dauerschlag-)Festigkeit.

Wechselschlagversuche sind nur mit einer Materialsorte (D b) durchgeführt worden, deren Ergebnisse aus Tabelle 27 zu ersehen sind.

8. Zusammenfassung der Grenzwerte.

Um schließlich noch eine gedrängte zusammenfassende Übersicht über das in den vorhergehenden Tabellen enthaltene Zahlenmaterial der Festigkeitsprüfungen zu geben, sind in der nachfolgenden Tabelle 62 die durchschnittlichen Grenzwerte der wichtigsten Festigkeitskoeffizienten für MS 58 in den verschiedenen Bearbeitungszuständen zusammengestellt worden. Diese Tabelle soll lediglich einen raschen Überblick über wichtige Festigkeitseigenschaften des Normenmessings MS 58 ermöglichen, während aus den vorhergehenden Übersichten alles Wissenswerte über den Verlauf und die Häufigkeit der einzelnen Mittelwerte der verschiedenen Festigkeitskoeffizienten, sowohl für die fünf geprüften Materiallieferungen als auch für deren verschiedene Bearbeitungszustände hervorgeht.

9. Spannungszustand.

Aus den mit den verschiedenen Materialien in den verschiedenen Zuständen der Vorbehandlung vorgenommenen Spannungsmessungen ergibt sich folgendes:

1. Gepreßt: Messungen nicht vorgenommen; es ist aber anzunehmen, daß das „nur gepreßte" Material, sofern die Preßtemperatur genügend hoch war, spannungsfrei ist.

2. Gepreßt und gezogen: Das gepreßte und gezogene Material weist je nach dem Ziehgrad in der Außenzone mehr oder weniger starke Zugspannungen auf, die über eine neutrale Faser in Druckspannungen übergehen.

3. Gepreßt, gezogen und gerichtet (abgerollt): Durch das Richten oder Abrollen der gezogenen Stangen wird die Zugspannung in der Außenzone wesentlich erniedrigt. Die neutrale Faser verschiebt sich mehr nach dem inneren Teil der Stange.

4. Gepreßt, gezogen und bei steigenden Temperaturen angelassen: Bereits durch Anlassen bei 200° wird die Zugspannung in der äußeren Schicht auf etwa ein Drittel der Anfangsspannung herabgedrückt, bei 400° Anlaßhitze beträgt sie nur noch ein Zehntel des ursprünglichen Betrages.

5. Gepreßt und abgerollt: Bei den nach dem Pressen nur abgerollten Stangen (ohne vorher gegangenes Ziehen) traten in der Außenschicht schwache Druckspannungen auf, die über eine neutrale Zone in Zugspannungen übergingen.

6. Gepreßt und abgerollt und bei steigenden Temperaturen angelassen: Von etwa 300° Anlaßhitze an macht sich ein starkes Absinken der Spannung bemerkbar und bei 400° Anlaßhitze war die Druckspannung in der Außenschicht nur noch unerheblich.

Hiernach ergeben sich zwei Wege, um Spannungen in einem kaltgereckten Material herabzumindern bzw. aufzuheben:

1. Anlassen bzw. Ausglühen bei Temperaturen von etwa 250 bis 300° aufwärts oder

2. Kaltstauchung (Abrollen) eines vorher kaltgezogenen Materials oder umgekehrt.

Digitized by Google

Tabelle 62. Zusammenfassung der Grenzwerte.

	Nur gepreßt	Gepreßt und ausgeglüht (bei 650°)	Gepreßt und abgeschreckt (von 750°)	Gepreßt und gezogen	Gepreßt, gezogen und ausgeglüht (bei 650°)	Richten bzw. Abrollen
Zugfestigkeit σ_B in kg/mm²	43 bis 45	42 bis 44	54 bis 58	47 bis 54	40 bis 45	bewirkt ganz allgemein nur sehr schwache Erhöhung der
Streckgrenzenverhältnis σ_S/σ_B	38 bis 35	30 bis 33	etwa 49	60 bis 79	29 bis 42	Werte für σ_B, σ_S/σ_B und sehr
Dehnung δ_{10} in % . .	33 bis 35	30 bis 37	14 bis 17	13 bis 28	29 bis 40	schwache Erniedrigung von δ_{10},
Kontraktion ψ in % .	35 bis 45	30 bis 44	18 bis 26	(17 bis 43)	27 bis 44	während ψ nicht wesentlich verändert wird.
Kerbzähigkeit a_k in kg/mm²	2 bis 3,5	2,5 bis 4	2,5 bis 3	1,4 bis 3	etwa 2	Die Härte wird deutlich erhöht.
Brinellhärte H_B . . .	90 bis 100	76 bis 90	97 bis 105	122 bis 138	etwa 80	

III. Teil (Anhang).

Kurze Angaben über Durchführung der Festigkeitsversuche, Spannungsmessungen usw.

1. Zugversuche.

Die Zugversuche wurden bei den Materialien B, C, D, E an abgedrehten Stäben von 10 mm Schaftdurchmesser mit Gewindeköpfen nach Abb. 71, bei Material A an den angelieferten Stangen sowohl ohne Bearbeitung als auch nach dem Abdrehen auf die vorstehend angegebene Stabform, an den ausgeglühten Stangen ebenfalls mit abgedrehten Stäben sowie an Flachstäben aus Rand und Kern der Stange ausgeführt. Für die Versuche wurde die 50-t-Maschine, Bauart Martens, mit Hebelwaage benutzt. Bei stufenweiser Laststeigerung wurden mit Martensschen Spiegelapparaten in $^1/_{100000}$ cm die gesamten und bleibenden Formänderungen bestimmt. Aus der danach aufgetragenen Spannungs-Dehnungskurve wurde die Proportionalitätsgrenze als Ende des geradlinigen Verlaufes der Linie, die Streckgrenze bei 0,2% bleibender Dehnung entnommen. Der Elastizitätsmodul wurde aus den Dehnungen an der P-Grenze berechnet. Die erhöhten Versuchstemperaturen von 100 bis 500° wurden erhalten, indem die Probestäbe während des Versuchs in der Maschine in einem geeigneten Flüssigkeitsbade erwärmt wurden.

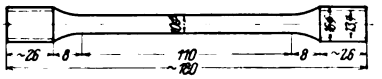


Abb. 71. Zugprobe.

2. Druckversuch.

Für die Druckversuche wurden Normalzylinder (Durchmesser gleich Höhe) verwendet, zum Teil in den Abmessungen des Stangenmaterials, zum Teil an abgedrehten Proben. Die Zusammendrückung wurde bei stufenweiser Belastung mit Rollenapparaten bzw. Zeiss-Uhren in $^1/_{5000}$ bzw. $^1/_{20000}$ cm gemessen. Die Belastung erfolgte in einer besonderen Vorrichtung zwischen zentrisch geführten Stempeln auf der 50-t-Universalmaschine, Bauart Pohlmeyer. Die beobachteten Zusammendrückungen wurden als Abhängige der Druckspannungen graphisch aufgetragen und hieraus wie beim Zugversuch die Proportionalitäts- und die Quetschgrenze ermittelt.

3. Kugeldruckversuche.

Die Kugeldruckversuche wurden ausgeführt auf einer 3-t-Kugeldruckpresse mit Hebelwaage unter einer Belastung $P = 62{,}5$ kg und einer Kugel von 2,5 mm ∅ bei einer Belastungszeit von 30 Sek. Die Kugeleindrücke wurden über die Stangenquerschnitte so verteilt, daß je einer am Rande und in der Mitte und zwei weitere Eindrücke zwischen diesen lagen. Für die Berechnung der Härtezahl wurde nach den D.-I.-Normen die Kalottenfläche des Eindruckes aus dem gemessenen Durchmesser ermittelt.

4. Schlagversuch.

Für Schlagversuche waren Normalzylinder (Durchmesser gleich der Höhe) vorgesehen, die auf einem Normalfallwerk geschlagen wurden. Bärgewicht und Fallhöhe wurden so bemessen, daß die spezifische Schlagarbeit bei jedem Schlage 5 mkg/cm³, bezogen auf das Anfangsvolumen des Probezylinders, betrug. Die Stauchung wurde in Prozenten der ursprünglichen Höhe nach jedem Schlage gegen die Ursprungshöhe mit Mikrometerschraube gemessen. Ermittelt wurde aus der Summe der Schläge die spezifische Brucharbeit in mkg/cm³; bei drei Proben, die nicht zum Bruch gingen, wurde die spezifische Arbeit für eine Stauchung von 50% bestimmt.

5. Verdrehungsversuche.

Verdrehungsversuche werden vorgenommen an abgedrehten Rundstäben nach Abb. 72 auf einer Torsionsmaschine von 60 mkg Maximalmoment unter Messung der Verdrehung mit zwei im Abstande $l = 10$ cm am Stabe befestigten Spiegeln nach der Gaußschen Ablesungsmethode. Die Verdrehungswinkel wurden aus den Verdrehungen berechnet und in Abhängigkeit vom Drehmoment als Kurve aufgetragen. Aus der Kurve wurde die P-Grenze, aus ihr sowie der dazugehörigen Verdrehung der Gleitmodul und aus dem Drehmoment beim Bruch die Drehfestigkeit berechnet; der Bruch erfolgte meistens erst nach einigen Umdrehungen.

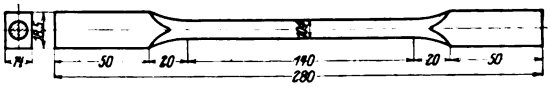


Abb. 72. Torsionsstab.

6. Scherversuche.

Zu Scherversuchen wurden abgedrehte Zylinder von 15 mm ∅ verwendet, die in einer zweischnittigen Scher-

Digitized by Google

vorrichtung geprüft wurden. Aus der ermittelten Bruchlast wurde die Scherfestigkeit berechnet.

7. Kerbschlagversuche.

Für die Kerbschlagversuche nach Charpy wurde ein 10 mkg/Pendelschlagwerk, Bauart Schopper in Leipzig,

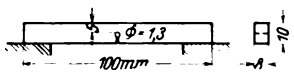


Abb. 73. Kerbschlagprobe.

verwandt. Die Kerbschlagproben hatten die in Abb. 73 angegebenen Abmessungen.

8. Wechselschlagversuch.

Die Versuche wurden mit dem Kruppschen Wechselschlagwerk ausgeführt (s. Abb. 74). Die Abmessungen

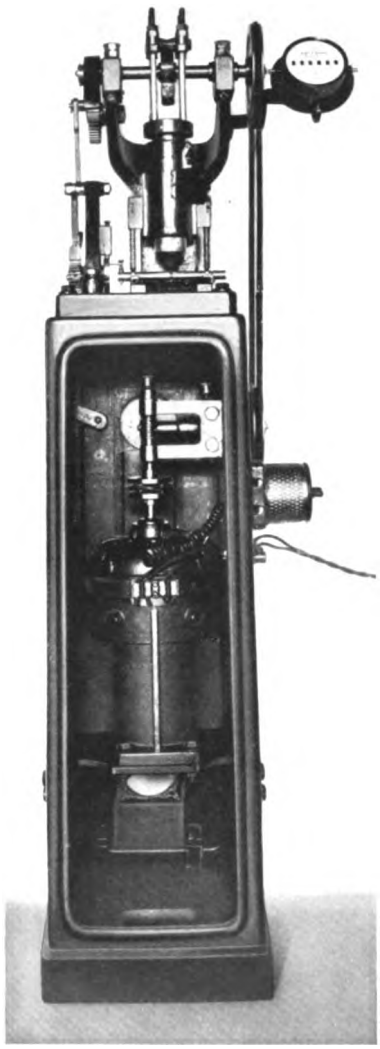


Abb. 74. Wechselschlagwerk (Krupp).

der Probestäbe sind aus Abb. 75 ersichtlich. Das Bärgewicht betrug 3,142 kg, die Fallhöhe 2 mm, die Schlagarbeit somit 94,26 mm/kg.

Die Schläge erfolgten abwechselnd auf die Seite s_1 und s_2 (s. Abb. 75) der Probestäbe.

9. Nachweis von Reckspannungen durch Ätzung mit Quecksilbersalzlösung.

Taucht man einen kaltgereckten Messinggegenstand (Stange oder Rohr) in die Lösung eines Quecksilbersalzes, so tritt, je nach dem Reckgrad nach längerer oder kürzerer Zeit Aufreißen ein.. Gut bewährt hat sich folgende Lösung:

10 g Quecksilberoxydulnitrat,
10 cm³ verdünnte Salpetersäure,
1000 cm³ Wasser.

Bei sehr starker Kaltreckung reißen die Gegenstände meist unmittelbar nach dem Eintauchen auf. Je geringer der Reckgrad, um so längere Zeit dauert es, bis Aufreißen eintritt. Zeigt der Gegenstand selbst nach 24stündigem Verweilen in der Quecksilbersalzlösung keine Risse, so ist der Reckgrad so gering, daß auch ein Aufreißen im Betriebe (z. B. bei Kondensatorrohren) infolge von Spannungen nicht mehr anzunehmen ist.

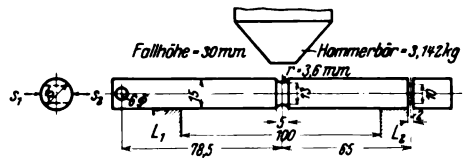


Abb. 75. Wechselschlagprobe.

10. Verfahren zur Messung der Größenordnung von Reckspannungen[1].

An einem Abschnitt von etwa 20 cm Länge werden nach Abb. 76 bei a, a' und b, b' auf vorher glatt gehobelten und geschliffenen Flächen Linienkreuze eingeritzt und die Abstände a—b und a'—b' mittels eines Komparators gemessen. Nunmehr wird über die Länge l (etwa 17 cm) schichtenweise (1., 2., 3. usw. Schicht in Abb. 76) Material abgedreht, wobei nach jeder Ab-

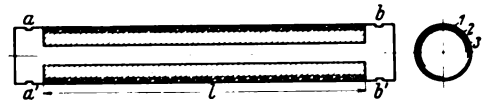


Abb. 76. Stabform für Spannungsmessungen.

drehung die Abstände a—b und a'—b' (somit die Längenänderungen von l) wieder gemessen werden.

Der Querschnitt der abgedrehten Schicht 1 werde mit f_1' und der des übriggebliebenen Stabteiles mit f_1'' bezeichnet, die Eigenspannung, die in dem Teil 1 im ursprünglichen, nicht abgedrehten Stab vorhanden war, mit σ_1, die Eigenspannung im Teil 2 (wieder im ursprünglichen Zustand) mit σ_2 (wobei ein positiver Wert von σ Zug-, ein negativer Druckspannung bedeutet), ferner mit l_1 die Länge l nach dem Abdrehen des Teiles 1. Ist l_1 größer als l, so hat sich der Stab nach dem Abdrehen ausgedehnt; es muß dann Teil 1 im nichtabgedrehten Stab unter Zug, der übrige Stabteil unter Druck gestanden haben.

Durch das Abdrehen ist in dem System die Kraft $f_1\sigma_1$ weggefallen, die bewirkte, daß sich der Stabteil mit dem

[1] E. Heyn und O. Bauer: „Über Spannungen in kaltgereckten Metallen". Int. Z. Metallographie Bd. 1, H. 1, S. 16. 1911.

Digitized by Google

Querschnitt f_1'' um den Betrag $l_1 - l$ elastisch verkürzt hatte. Dieser Verkürzung entspricht die Spannung

$$\sigma = E \cdot \frac{l - l_1}{l},$$

worin E der Elastizitätsmodul des Stabmaterials ist.

Die Gleichgewichtsbedingung erfordert, daß

$$f_1' \sigma_1 + f_1'' \sigma = 0,$$

mithin

$$f_1' \sigma_1 + f_1'' E \frac{l - l_1}{l} = 0,$$

und daraus

$$\sigma_1 = E \frac{f_1''}{f_1'} \cdot \frac{l_1 - l}{l}. \qquad (1)$$

σ_1 bedeutet Zugspannung, wenn l_1 größer als l, und Druckspannung, wenn l_1 kleiner als l ist. Alsdann wird eine zweite Schicht 2 von dem Querschnitt f_2' abgedreht, so daß der Querschnitt des nun übrigbleibenden Stabteiles f_2'' ist. Die Länge l nimmt jetzt die Länge l_2 an. Im ursprünglichen, nichtabgedrehten Stabe habe geherrscht: über dem Querschnitt f_2' die Spannung σ_2, über den Querschnitt f_2'' die mittlere Spannung σ. Es ist dann

$$\sigma = E \frac{l - l_2}{l}$$

und die Gleichgewichtsbedingung ergibt:

$$f_1' \sigma_1 + f_2' \sigma_2 + f_2'' \sigma = 0,$$

$$f_1' \sigma_1 + f_2' \sigma_2 + f_2'' E \frac{l - l_2}{l} = 0.$$

Setzt man für σ_1 den Wert aus Gleichung (1) ein, so findet man:

$$\sigma_2 = \frac{E}{l} \cdot \frac{f_2''(l_2 - l) - f_1''(l_1 - l)}{f_2'}. \qquad (2)$$

Ist nach dem Abdrehen der dritten Schicht 3 vom Querschnitt f_3' die Länge des übrigbleibenden Stabteiles l_3, sein Querschnitt f_3'' und die im nichtabgedrehten Stabe herrschende mittlere Spannung σ, so gilt:

$$f_1' \sigma_1 + f_2' \sigma_2 + f_3' \sigma_3 + f_3'' \sigma = 0,$$

$$\sigma = \frac{E}{l}(l - l_3)$$

und nach dem Einsetzen der Werte für σ_1 und σ_2 aus den Gleichungen (1) und (2):

$$\sigma_3 = \frac{E}{l} \cdot \frac{f_3''(l_3 - l) - f_2''(l_2 - l)}{f_3'}. \qquad (3)$$

Ist allgemein der Querschnitt der $n$ten abgedrehten Schicht f_n', derjenige des nach Abdrehen der $n$ten Schicht übrigbleibenden Stabteiles f_n'', die Länge dieses Teiles l_n, so erhält man die mittlere Spannung σ_n, die im ursprünglichen Stabe in der $n$ten Schicht mit dem Querschnitt f_n' geherrscht hat, wie folgt:

$$\sigma_n = \frac{E}{l} \cdot f_n''(l_n - l) - f_{n-1}''(l_{n-1} - l). \qquad (4)$$

Die Spannung σ in dem nach der letzten Abdrehung übrigbleibenden Teile war dann im nichtabgedrehten Stab:

$$\sigma = \frac{E}{l} \cdot (l - l_n). \qquad (5)$$

Alle Spannungen sind Zugspannungen, wenn ihre Werte positiv, und Druckspannungen, wenn ihre Werte negativ sind.

Zu bemerken ist, daß die nach obigem Verfahren ermittelten Spannungen immer nur die mittleren Spannungen in den einzelnen Schichten angeben. Die Spannung braucht jedoch nicht gleichmäßig über den jeweils abgedrehten Querschnitt verteilt zu sein. Je dünner man die einzelnen Schichten abdreht, um so genauer wird man die tatsächliche Spannungsverteilung ermitteln können. Die nach obigem Verfahren ermittelten Spannungen sind in den Abb. 5, 6, 20, 21, 28, 29, 45 bis 48 wie folgt graphisch aufgetragen.

Als Ordinaten sind die Spannungen σ_n gewählt, wobei die Zugspannungen durch Punkte oberhalb der Nullinie, die Druckspannungen durch Punkte unterhalb der Nullinie dargestellt sind. Als Abszissen sind die Hälften der Querschnitte f_n'' aufgetragen. Die Abszisse Null entspricht somit der Stabmitte und die am meisten von der Mitte abgelegenen Punkte des Schaubildes entsprechen dem vollen Stabquerschnitt. Bei dieser Darstellung ist die Kontrolle der Berechnung auf ihre Richtigkeit sehr einfach. Nach der Gleichgewichtsbedingung muß nämlich die Summe aller $f_n' \sigma_n$ gleich Null sein, das heißt, die in den Abb. 5, 6 usw. schraffierte Fläche oberhalb der Nullinie muß gleich der schraffierten Fläche unterhalb dieser Nullinie sein.

Das Verfahren zur rechnerischen Ermittlung der Größenordnung der Spannungen ist inzwischen von Sachs[1] auch für radiale und tangentiale Spannungen ausgebaut und die erforderlichen Gleichungen entwickelt worden; und zwar nicht nur für die Entfernung endlicher Schichten, sondern für stetige Abtragung. Dies hat den Vorteil, daß die Meßfehler sich beseitigen lassen, in dem die einzelnen Meßpunkte durch eine Ausgleichskurve ersetzt werden.

[1] G. Sachs: Der Nachweis innerer Spannungen in Stangen und Rohren. Z. Metallkunde Bd. 19, S. 352. 1927 — Innere Spannungen in Metallen. Z. V. d. I. Bd. 71, S. 1511/16 1927.

Druck der Spamerschen Buchdruckerei in Leipzig.

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

STANFORD UNIVERSITY LIBRARY

To avoid fine, this book should be returned on or before the date last stamped below

Digitized by Google

386490

Digitized by Google